



Sara Raquel Caetano Júlio

Licenciada em Ciências da Engenharia Química e Bioquímica

Avaliação de Variáveis que Influenciam o Processo de Aglomeração de Rolhas Técnicas de Cortiça

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Química e Bioquímica

Orientadora: Ana Matos, Diretora de Gestão de Sistemas, Amorim&Irmãos, SA

Co-orientador: Mário Eusébio, Professor Auxiliar, FCT/UNL

Júri:

Presidente: Professora Doutora Isabel Maria Rôla
Coelhoso, Faculdade de Ciências e
Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa.

Arguente: Engenheiro Paulo Fernando da Silva Gil,
Departamento de Engenharia do Produto,
Amorim & Irmãos, S.A.

Vogal: Engenheira Ana Maria Fernandes de Matos,
Departamento de Sistemas de Gestão
Integrada, Amorim & Irmãos, S.A.



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro, 2016

Avaliação de Variáveis que Influenciam o Processo de Aglomeração de Rolhas Técnicas de Cortiça

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Química e Bioquímica

Orientadora: Ana Matos, Diretora de Gestão de Sistemas, Amorim&Irmãos, SA

Co-orientador: Mário Eusébio, Professor Auxiliar, FCT/UNL

Setembro, 2016

**Avaliação de Variáveis que Influenciam o Processo de Aglomeração de Rolhas
Técnicas de Cortiça**

Copyright © Sara Raquel Caetano Júlio, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

*Aos meus **pais**, pelos sacrifícios que fizeram para que eu pudesse ter um curso, e acima de tudo pela formação humana que foi o que de mais importante me ensinaram.*

Sou e serei eternamente grata.

Agradecimentos

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer ao Grupo Amorim, em particular à Unidade Industrial Equipar, a oportunidade de realizar esta dissertação, porque poder terminar o curso numa empresa que ouço falar desde pequena, foi sem dúvida um privilégio.

À Eng^a Ana Matos, minha orientadora, por ter aceitado orientar o meu estágio, mesmo estando à distância. Agradeço também pela confiança que depositou em mim, por me ter proposto um desafio nem sempre fácil, mas muito interessante e enriquecedor, e pela partilha de conhecimentos e ideias.

Ao Professor Mário Eusébio pela disponibilidade, pela ajuda, pelas opiniões e críticas, por todas as palavras de incentivo ao longo da realização da tese, por nunca me ter deixado desistir e pela dedicação aos seus alunos.

Ao Eng. Miguel Santos Pereira, da Fabrires e ao Eng. Paulo Gil, da A&I por terem esclarecido todas as questões que lhes fui colocando ao longo do estágio.

À Dr.^a Alexandra Cabral e ao João Morgado pela confiança que depositaram em mim, pelo apoio e pela ajuda constante. À equipa do laboratório da UI-Equipar: à Marina, à Anabela e à Amélia pelas boas histórias, pelos momentos de risada e pela partilha de conhecimentos. Agradeço em especial à Cidália Caetano, à Susana Castanhas, à Rita Gomes, ao Nélcio Pedro, à Eng^a Maria Cortez e ao Eng. Micael Dinis, porque sem eles não seria possível realizar este trabalho.

Agradeço ainda a todos os colaboradores da UI-Equipar, particularmente aos que trabalham na Aglomerada pela disponibilidade, ajuda, simpatia e boa disposição.

Aos estagiários que partilharam estes meses comigo, agradeço o companheirismo, o incentivo, e os momentos/experiências que partilhamos.

À minha família um obrigado do tamanho do mundo por acreditarem sempre que eu era capaz e me apoiarem quando mais precisei.

Aos amigos e aos colegas da faculdade pelo carinho e incentivo ao longo destes anos, por estarem presentes quando mais preciso, e por serem quem são na minha vida.

Muito Obrigado!

Resumo

O sector da cortiça tem uma grande importância na indústria portuguesa. A Corticeira Amorim é a líder mundial deste sector, apostando de forma contínua no melhoramento dos seus processos e produtos. A cortiça apresenta diversas aplicações, das quais a mais rentável é a rolha natural, seguida da rolha técnica.

A presente dissertação foi realizada na Unidade Industrial Equipar em Coruche, pertencente à Amorim & Irmãos e foca-se na avaliação de variáveis que possam influenciar o processo de aglomeração de rolhas técnicas de cortiça. Uma rolha mal aglomerada poderá não cumprir com o seu papel fundamental enquanto vedante, pôr em causa um lote, a empresa e inclusive o sector que depende deste tipo de produtos técnicos para sobreviver.

Numa primeira fase efetuou-se uma familiarização com o processo de aglomeração por forma a identificar os fatores críticos que resultam no problema/efeito de má aglomeração em rolhas técnicas de cortiça com o auxílio de uma ferramenta da qualidade, a Análise dos Modos de Falha e Efeitos (AMFE).

Numa segunda fase desenvolveram-se dois Desenhos de Experiências (DOE). Foram testadas condições extremas de humidade superficial do granulado e de temperatura, condições essas que podem ser atingidas no processo de extrusão ao longo do ano.

As variáveis que influenciam o processo de aglomeração são a temperatura de extrusão, a humidade do granulado, a quantidade de parafina e a idade da mistura (fatores controláveis que são potencialmente influentes para a má aglomeração).

O primeiro DOE permitiu perceber que o efeito de má aglomeração está relacionado com a combinação das variáveis do processo: temperatura de extrusão e humidade do granulado. Após realização do segundo DOE a solução encontrada para que não ocorra má aglomeração passa por não utilizar granulado com humidade abaixo de 6% e acima de 11%, e utilizar temperaturas entre 110°C-130°C.

O trabalho apresentado é fruto de muitas horas de esforço, dedicação e entrega. Para aqui chegar foi necessário abdicar, muitas vezes, da vida pessoal, tempo de descanso, férias, entre outros. Mas sempre soube que no final iria valer a pena.

Palavras-chave: Extrusão, Aglomeração, Poliuretanos, AMFE, Desenho de Experiências.

Abstract

The cork sector has a great importance in the Portuguese industry. Corticeira Amorim company is the world leader in this sector, investing continuously in the improvement of its processes and products. Cork has many possible applications in which the natural cork stopper stands as the most profitable, followed by the technical cork stopper.

The focus of this thesis is to evaluate the variables that may influence the agglomeration process of technical cork stoppers. This research held in the Industrial Unit Equipar in Coruche, owned by Amorim&Irmãos. A badly agglomerated cork stopper may not fulfil its fundamental role as sealant, question a lot, the company and even the sector that depends on this type of technical products to survive.

The first stage was to familiarize with the agglomeration process in order to identified critical factors that conduct to a bad agglomeration effect in technical cork stoppers. For this stage was used the tool Analysis of the Failure Mode and Effects (FMEA).

In the second stage two experiments designs (DOE) were developed in order to improve the agglomeration process. Extreme conditions were tested of surface granulate humidity and temperature, conditions which can be achieved in the extrusion process throughout the year.

The variables that influence the agglomeration process are the extrusion temperature, the granulate humidity, the quantity of paraffin and the age of the mixture (controllable factors that are potentially influential for bad agglomeration).

The DOE enabled to understand that the effect of bad agglomeration is associated with the combination of process variables: extrusion temperature and humidity of the granulated cork. After performing the second DOE, the solution that was found to avoid bad agglomeration was not use granulated with humidity below 6% and above 11%, and use temperatures between 110°C and 130°C.

The work presented is the result of many hours of effort, dedication and surrender. In order to get here, it was necessary to give up, often, personal life, rest time, vacations, among others. But I always knew that in the end it would be worth it.

Keywords: Extrusion, Agglomeration, Polyurethanes, FMEA, Design of Experiments

Índice

1. Introdução	1
1.1. Enquadramento e Motivação	1
1.2. Objetivos.....	2
1.3. Metodologia de Trabalho.....	3
1.4. Estrutura da Dissertação	4
2. Caso de Estudo.....	5
2.1. A Corticeira Amorim	5
2.2. Estrutura da Empresa.....	6
2.3. A Unidade Industrial Equipar (UI-Equipar)	7
2.4. Produção de Rolhas Técnicas de Cortiça	8
2.4.1. Processo de Produção de Rolhas	8
2.4.2. Etapas do Processo Produtivo de Rolhas Aglomeradas	9
2.3.1. Produtos.....	13
3. Estado da Arte	15
3.1. O Montado	15
3.2. O Sobreiro	16
3.3. O Descortiçamento.....	16
3.4. A Cortiça	17
3.4.1. Composição Química	17
3.4.2. Morfologia	17
3.4.3. Porosidade.....	18
3.4.4. Impermeabilidade	20
3.5. O Aglomerante	20
3.5.1. A Química dos Poliuretanos	20
3.5.2. Reações secundárias do grupo funcional isocianato	21
3.5.3. Os pré-polímeros de poliuretano	23
3.5.4. A Utilização de Aglomerantes de Poliuretano na Indústria Corticeira.....	23
3.6. Aglomeração	25
4. Fundamentos Teóricos	27
4.1. Ferramentas da Qualidade.....	27

4.1.1.	Análise dos Modos de Falha e Efeitos (AMFE).....	27
4.1.2.	Estudo de Perigos e Operacionalidade - Método HAZOP	30
4.1.3.	O <i>Brainstorming</i>	32
4.1.4.	O Diagrama de Ishikawa	32
4.1.5.	Desenho de Experiências (DOE)	35
5.	Materiais e Métodos	45
5.1.	Escolha e Implementação da AMFE	46
5.2.	Verificação das Temperaturas das Máquinas Extrusoras.....	47
5.3.	Simulação da Reação de Polimerização da Cola em Laboratório.....	48
5.4.	Teste da Bomba Hidrostática	49
5.5.	Caraterização da Linha 3 da Extrusão AGLO	50
5.5.1.	Teste de Hipóteses para comparação de duas variâncias (Teste F).....	50
5.5.2.	Teste de Hipóteses para comparação de duas médias (Teste t)	51
5.6.	Teste de Tukey	52
5.7.	Planeamento de Experiências (DOE)	53
5.7.1.	DOE 1	53
5.7.2.	DOE 2	59
6.	Apresentação e Discussão de Resultados	61
6.1.	Análise dos Modos de Falha e Efeitos (AMFE)	61
6.2.	Verificação das Temperaturas das Máquinas Extrusoras.....	64
6.3.	Simulação da Reação de Polimerização da Cola em Laboratório.....	65
6.4.	Análise de Dados Históricos	66
6.5.	Caraterização da Linha 3 da Extrusão AGLO	69
6.6.	Escolha Eletrónica: Produto Conforme e Produto Não Conforme	72
6.7.	Desenho de Experiências (DOE)	75
6.7.1.	DOE 1	75
6.7.2.	DOE 2	83
6.8.	Especificações do Processo	91
7.	Conclusões e Sugestões de Trabalhos Futuros	93
7.1.	Sugestões de Trabalhos Futuros	94
8.	Bibliografia	97
9.	Anexos	99

Lista de Figuras

Figura 1. 1: Metodologia de trabalho a desenvolver.....	3
Figura 2. 1: Vendas consolidadas por unidade de negócio (Relatório e Contas - Amorim, 2015).....	6
Figura 2. 2: Organigrama da empresa.....	7
Figura 2. 3: Planta da UI-Equipar.	7
Figura 2. 4: Diagrama de blocos do processo de produção rolhas aglomeradas e rolhas TT (UI-Equipar, 2016).....	8
Figura 2. 5: Pranchas de cortiça e tanques de cozedura.	9
Figura 2. 6: Aparas, trituração no moinho MDT e mesas densimétricas.....	9
Figura 2. 7: Grupos ROSA e Secador.	10
Figura 2. 8: Extrusão.....	11
Figura 2. 9: Linhas de Retificação.	11
Figura 2. 10: Lavação AGLO.	11
Figura 2. 11: Escolha Eletrónica.	12
Figura 2. 12: Embalagem.....	12
Figura 2. 13: Marcação e Tratamento - EQD.....	12
Figura 3. 1: Mapa da localização do montado.	15
Figura 3. 2: Ciclo de exploração da cortiça (Natividade, 1950).	16
Figura 3. 3: Corte das paredes celulares da cortiça e sua constituição por camadas.	18
Figura 3. 4: Disposição das células de cortiça segundo três direções de corte.....	18
Figura 3. 5: Corpo bem aglomerado.	19
Figura 3. 6: Corpo mal aglomerado.	19
Figura 3. 7: Exemplo de uma zona porosa de um corpo com 20% de absorção.....	19
Figura 3. 8: Exemplo de uma zona porosa de um corpo com 40% de absorção.....	19
Figura 3. 9: Reação base de formação do grupo uretano.	20
Figura 3. 10: Reação de formação do polímero de poliuretano a partir de um diól e de um diisocianato.....	21
Figura 3. 11: Estruturas de ressonância que descrevem o grupo Isocianato e representação esquemática do ataque nucleófilo ao grupo carbonilo.....	21

Figura 3. 12: Reação de formação do pré-polímero de poliuretano com terminações NCO.	23
Figura 3. 13: Isômeros de TDI.	24
Figura 3. 14: Matérias-primas utilizadas na aglomeração de cortiça.	25
Figura 3. 15: Esquema representativo do processo de extrusão.	26
Figura 4. 1: Esquema representativo da metodologia do desenvolvimento de uma AMFE.	29
Figura 4. 2: Estrutura básica do método HAZOP.	32
Figura 4. 3: Diagrama de Ishikawa (Causa-e-Efeito).	34
Figura 4. 4: Esquema de um processo.	36
Figura 5. 1: Esquema representativo do procedimento do método utilizado.	47
Figura 5. 2: Bomba Hidrostática e Exsicador.	50
Figura 5. 3: Região Crítica - Teste bilateral.	51
Figura 5. 4: Região Crítica - Teste bilateral.	52
Figura 5. 5: Misturadora Manual e Aqua-Boy.	57
Figura 5. 6: Equipamento utilizado para o ensaio de permeabilidade.	58
Figura 5. 7: MedCork.	58
Figura 6. 1: Diagrama de Ishikawa – Bastão Aberto.	62
Figura 6. 2: Diagrama de Ishikawa – Fugas.	63
Figura 6. 3: Resultados da simulação do processo de aglomeração em laboratório.	65
Figura 6. 4: Resultados percentuais para o Teste da Bomba, entre 2013 e 2015. Fonte: Engenharia de Processo.	66
Figura 6. 5: Resultados percentuais do Teste da Bomba para a linha 3 no ano de 2015. Fonte: Engenharia de Processo.	67
Figura 6. 6: Resultados percentuais do Teste da Bomba para a linha 4 no ano de 2015. Fonte: Engenharia de Processo.	67
Figura 6. 7: Caracterização da linha 3.	69
Figura 6. 8: Região crítica – Teste unilateral à direita.	70
Figura 6. 9: Teste t – duas amostras com variâncias iguais.	71
Figura 6. 10: Produto conforme escolha AGLO.	72
Figura 6. 11: Produto não conforme escolha AGLO.	72
Figura 6. 12: Região crítica – Teste unilateral à esquerda.	73
Figura 6. 13: Região crítica – Teste bilateral.	74
Figura 6. 14: Pressuposto da Normalidade.	76

Figura 6. 15: Resíduos em função da ordem das experiências.	76
Figura 6. 16: Resíduos em função dos valores previstos.	77
Figura 6. 17: Transformação Box-Cox.	78
Figura 6. 18: Resposta para a variação dos níveis do fator H.	79
Figura 6. 19: Resposta para a variação dos níveis do fator T.	80
Figura 6. 20: Superfície de resposta para a interação HT.	81
Figura 6. 21: MV vs. Produção e % Absorção (Bomba) vs. Produção.	81
Figura 6. 22: Experiências com Humidade alta e Temperatura alta (efeito de bastão aberto).	82
Figura 6. 23: Experiências com Humidade baixa e Temperatura baixa (bastão a desagregar).	82
Figura 6. 24: Pressuposto da Normalidade.	83
Figura 6. 25: Resíduos em função da ordem das experiências.	84
Figura 6. 26: Resíduos em função dos valores previstos.	84
Figura 6. 27: Transformação Box-Cox.	85
Figura 6. 28: Resposta para a variação dos níveis do fator H.	87
Figura 6. 29: Resposta para a variação dos níveis do fator T.	87
Figura 6. 30: Superfície de resposta para a interação HT.	88
Figura 6. 31: MV vs. Produção e % Absorção (Bomba) vs. Produção.	89
Figura 6. 32: Resultados globais para o DOE 1 (experiências e réplicas).	90
Figura 6. 33: Resultados globais para o DOE 2 (experiências e réplicas).	90
Figura 8. 1: Intervalos de Confiança (95%).	103

Lista de Tabelas

Tabela 4. 1: Palavras-Chave no método HAZOP.....	31
Tabela 4. 2: Desenho com um fator a vários níveis.	39
Tabela 4. 3: Análise de Variância.	40
Tabela 4. 4: Fatorial completo 2 ²	42
Tabela 4. 5: Matriz de planeamento do fatorial 2 ²	42
Tabela 5. 1: Condição de mistura para simulação do processo de aglomeração.....	48
Tabela 5. 2: Fatores e níveis a utilizar no DOE.	54
Tabela 5. 3: Variáveis constantes no DOE.	54
Tabela 5. 4: Matriz planeamento.	55
Tabela 5. 5: Matriz aleatória.	55
Tabela 5. 6: Plano de testes e amostragem de corpos para os ensaios a realizar.....	56
Tabela 5. 7: Fatores e níveis a experimentar no DOE 2.	59
Tabela 5. 8: Matriz aleatória.	60
Tabela 5. 9: Plano de testes e amostragem do DOE 2.	60
Tabela 6. 1: Resumo da AMFE.....	64
Tabela 6. 2: ANOVA para os meses de 2015.....	68
Tabela 6. 3: Resultados do Teste de Tukey.	68
Tabela 6. 4: Teste F – duas amostras para variâncias.....	70
Tabela 6. 5: Teste t – duas amostras com variâncias iguais.....	71
Tabela 6. 6: Teste F – duas amostras para variâncias.....	73
Tabela 6. 7: Teste t – duas amostras com variâncias iguais.....	74
Tabela 6. 8: Resultados DOE 1.	75
Tabela 6. 9: ANOVA dada pelo software STATISTICA.	78
Tabela 6. 10: Valores dos níveis para o fator H.....	79
Tabela 6. 11: Valores dos níveis para o fator T.....	79
Tabela 6. 12: Valores dos níveis para a interação HT.....	80
Tabela 6. 13: Resultados DOE 2.	83
Tabela 6. 14: ANOVA.....	85
Tabela 6. 15: ANOVA condensada.....	86

Tabela 6. 16: Valores dos níveis para o fator H.....	86
Tabela 6. 17: Valores dos níveis para o fator T.....	87
Tabela 6. 18: Respostas DOE 2 e resultados de permeabilidade.....	89
Tabela 8. 1: Índice de Gravidade dos Efeitos.....	99
Tabela 8. 2: Índice de Ocorrência dos Efeitos.....	100
Tabela 8. 3: Índice de Detecção dos Efeitos.....	100
Tabela 8. 4: ANOVA.....	101
Tabela 8. 5: Comparações múltiplas.....	101
Tabela 8. 6: Teste da Bomba para a Escolha AGLO.....	105
Tabela 8. 7: Produção vs. MV no DOE 1.....	109
Tabela 8. 8: Produção vs. MV no DOE 2.....	109

Lista de Abreviaturas

AB – Aqua-Boy: instrumento de medição de humidade.

AGLO – Aglomerada.

A&I – Amorim e Irmãos.

AMFE – Análise dos Modos de Falha e seus Efeitos.

ANOVA – Análise de Variância.

APCOR – Associação Portuguesa da Cortiça.

CIPR – Código Internacional das Práticas Rolheiras.

DOE – Desenho de Experiências.

EQ – Equipar.

EQD – Equipar Distribuição.

EXP – Experiência.

H – Humidade.

MDI – Difenilmetano diisocianato.

MO – Microondas.

MV – Massa volúmica.

NPR – Número de Prioridade de Risco.

PU – Poliuretano.

RA – Rolha Aglomerada.

RCT – Rolha Champanhe Técnica.

REP – Réplica

RN – Rolha Neutrocork.

ROSA – Rate of Optimal Steam Application; Sistema de tratamento de mitigação/remoção de TCA para granulado/rolha.

T – Temperatura.

TT – Twin-Top.

TCA – 2,4,6-Tricloroanisol.

TDI – Tolueno diisocianato.

UI – Unidade Industrial.

UN – Unidade de Negócio.



Introdução

Na indústria rolheira, os avanços tecnológicos que se têm verificado nos últimos anos conduziram ao aumento dos volumes de produção e à criação de novos produtos. Por esta razão a complexidade dos processos produtivos foi aumentando, possibilitando a integração de recursos materiais, humanos, tecnológicos e financeiros.

Atualmente as empresas apostam na melhoria contínua dos seus recursos uma vez que se torna vantajoso, pois permite reduzir custos operacionais e também desperdícios de produtos. Por outro lado, a exigência que se tem verificado por parte dos clientes obriga a que haja um controlo mais apertado dos processos e por conseguinte dos produtos finais. As ferramentas da qualidade são uma mais-valia para que se consiga dar resposta a esta necessidade, principalmente aquelas que dão apoio, análise e controlo estatístico ao processo.

1.1. Enquadramento e Motivação

Para muitos a cortiça é uma espécie de entidade mítica, quase sinónimo de Portugal. Desde há muitos anos que, sobre essa matéria-prima, se alicerçou uma indústria que foi evoluindo e alargando o seu âmbito. Hoje, para além da utilização clássica no fabrico de vedantes, existem outras aplicações que vão desde a indústria da construção até ao mundo da decoração ou da moda (APCOR, 2015).

Portugal é líder na produção e distribuição de cortiça. Nas exportações lidera com uma quota de mercado de 63% (o equivalente a 846 milhões de euros anuais), tendo importado cerca de 133 milhões. Em termos de produção detém 49,6% da quota mundial (APCOR, 2016).

Desde a sua origem que a indústria da cortiça está associada à comercialização de vinhos, o que justifica que a rolha seja a principal produção do sector (com cerca de 61% de quota dos produtos fabricados (Marques, 2000).

A indústria corticeira portuguesa tem procurado atingir os mais altos padrões de qualidade nas suas diferentes fases e vertentes produtivas. A Associação Portuguesa da Cortiça (APCOR), juntamente com a Confederação Europeia da Cortiça (CELiège) desenvolve esforços de identificação e erradicação de possíveis falhas, promovendo e apoiando o Código Internacional

de Práticas Rolheiras (CIPR) e o sistema de qualidade, Systecode, que assegura o cumprimento das normas do CIPR (APCOR, 2016).

Na Unidade Industrial Equipar (UI-Equipar) fabricam-se produtos (rolhas) e realizam-se diversos ensaios de controlo de qualidade, como por exemplo: determinação do teor de 2,4,6 - Tricloroanisol (TCA), teor de pó, teor de peróxidos, torção, forças de compressão/relaxação e forças de extração, absorção em estufa (por imersão em água), Teste da Bomba Hidrostática, entre outros. No que respeita à avaliação da aglomeração, o teste mais indicado é o referido Teste da Bomba.

O presente trabalho foca-se na avaliação de variáveis que possam influenciar o processo de aglomeração de rolhas técnicas de cortiça. Uma rolha mal aglomerada poderá não cumprir com o seu papel fundamental enquanto vedante, pôr em causa um lote, a empresa e inclusive o sector que depende deste tipo de produtos técnicos para sobreviver.

É precisamente a partir de uma reclamação por parte do cliente, de rolhas para espumosos (RCT) a desagregar, que surge a necessidade de perceber como é que pode ocorrer o efeito de má aglomeração dos corpos, provocando a desagregação da rolha aquando da sua inserção em garrafa.

1.2. Objetivos

Esta dissertação será dividida em duas fases, cada uma com um objetivo principal.

- 1ª Fase: identificar e analisar os fatores críticos (ou a combinação de fatores) que resultam no problema/efeito de má aglomeração em rolhas técnicas de cortiça com o auxílio de uma ferramenta da qualidade;
- 2ª Fase: desenvolver um Desenho de Experiências (DOE) no sentido de melhorar o processo de aglomeração.

A extrusão é a etapa do processo onde ocorre a aglomeração. Através da aplicação de ferramentas da qualidade e de controlo estatístico de processo, esta etapa irá ser analisada detalhadamente, procurando propor possíveis melhoramentos a implementar, e ainda criar uma especificação para algumas das condições de operação.

O sucesso deste trabalho dependerá da aceitação e sucessiva implementação das sugestões efetuadas por parte da UI-Equipar.

1.3. Metodologia de Trabalho

Apresenta-se agora a metodologia a seguir para o desenvolvimento do trabalho (figura 1.1) a ser realizado no período de Março a Agosto, na UI-Equipar.

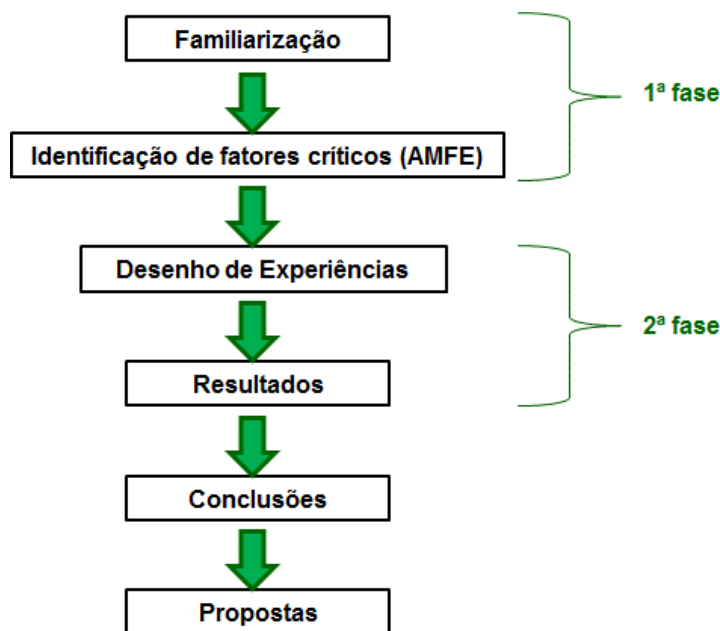


Figura 1. 1: Metodologia de trabalho a desenvolver.

Numa primeira fase efetuou-se uma familiarização com o processo de aglomeração e com todos os assuntos a este referente.

Em segundo lugar recolheu-se informação acerca de qual a melhor ferramenta da qualidade a utilizar, e após escolha, deu-se início à implementação dessa mesma ferramenta.

Em terceiro lugar, com base no objetivo proposto para a segunda fase de trabalho, fez-se uma caracterização do processo de aglomeração, através da análise de dados históricos e da recolha de amostras para análise e tratamento de resultados.

Finalizada esta caracterização, realizou-se um planeamento de experiências seguido da sua execução. Por último foram analisados os resultados obtidos, tiraram-se conclusões e propuseram-se sugestões necessárias não só à melhoria do processo, como também de trabalho futuro.

1.4. Estrutura da Dissertação

A dissertação apresenta a seguinte estrutura:

- **Capítulo 1:** tem como objetivo introduzir o problema em estudo e fazer o enquadramento do tema. São apresentados os objetivos, a metodologia de trabalho e a forma como está organizada a dissertação;
- **Capítulo 2:** apresenta-se a Corticeira Amorim, com uma breve descrição da UI-Equipar, bem como a sua gama de produtos e o respetivo processo de produção de rolhas aglomeradas de cortiça, sobre o qual o presente trabalho incide;
- **Capítulo 3:** efetua-se uma contextualização do estado da arte, através de uma pesquisa bibliográfica acerca das matérias-primas em estudo (cortiça e aglomerante de poliuretano). Faz-se referência à utilização de aglomerantes de poliuretano na indústria corticeira e descreve-se o processo de aglomeração;
- **Capítulo 4:** apresentam-se os conceitos teóricos relacionados com as ferramentas da qualidade (AMFE, HAZOP, Brainstorming e Diagramas de Ishikawa) e com o Desenho de Experiências. Pretende-se assim descrever sumariamente a sua metodologia de aplicação;
- **Capítulo 5:** expõe-se os materiais e os métodos utilizados para a caracterização do efeito de má aglomeração em rolhas técnicas de cortiça;
- **Capítulo 6:** apresentação e discussão dos resultados obtidos nos ensaios realizados;
- **Capítulo 7:** no último capítulo apresentam-se as conclusões retiradas a partir dos resultados obtidos. Propõem-se sugestões de trabalho futuro e recomendações que poderão ser aplicadas no processo.



Caso de Estudo

Neste Capítulo é apresentado o caso de estudo em análise. É feita uma breve abordagem à Corticeira Amorim, com maior incidência na Unidade Industrial Equipar (UI-Equipar) e nas etapas do processo de produção de rolhas aglomeradas, onde o presente estudo é efetuado. Das várias fases do processo de produção de rolhas aglomeradas, esta dissertação focar-se-á na extrusão, etapa onde é feita a aglomeração de corpos de cortiça e de vital importância para a qualidade da rolha enquanto bom vedante.

2.1. A Corticeira Amorim

A Corticeira Amorim (CA) é uma das maiores, mais empreendedoras e dinâmicas empresas de origem portuguesa, criada em 1870 numa pequena fábrica em plena região do vinho do Porto, por António Alves de Amorim, utiliza a cortiça como matéria-prima para o fabrico de produtos distintos, sendo hoje líder destacada no setor a nível mundial (35% de transformação mundial de cortiça).

A empresa é composta por cinco unidades de negócio (UN) principais: matérias-primas, rolhas, revestimentos, aglomerados compósitos e isolamentos, sendo a Amorim&Irmãos S.G.P.S., S.A. (UN Rolhas) uma das unidades que mais contribui para os resultados da Corticeira Amorim. Esta é formada por oito unidades industriais de rolhas em Portugal e vinte e duas *sales companies* no estrangeiro.

Do ponto de vista económico, a UN rolhas é responsável pelo maior volume de negócios da empresa representando 64,2% do total de vendas em 2015, seguindo-se a UN Revestimentos com 17,8%.

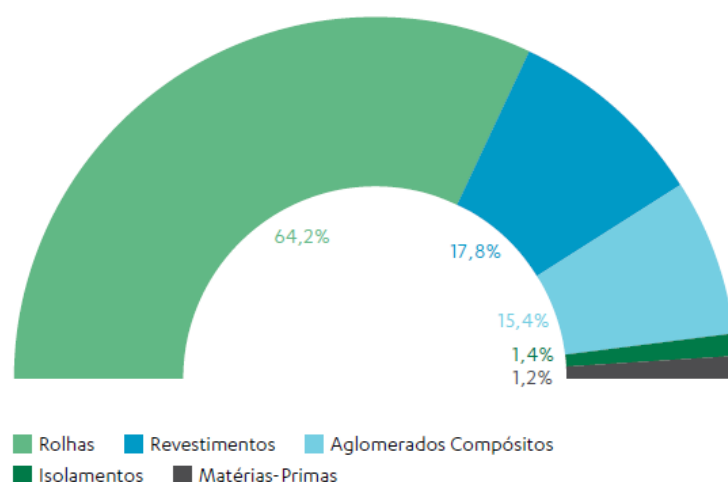


Figura 2. 1: Vendas consolidadas por unidade de negócio (Relatório e Contas - Amorim, 2015).

Com quase 150 anos de liderança do setor, a CA diferencia-se pela qualidade, pelo espírito empreendedor, pela inovação e pela performance exemplar, à escala nacional e internacional. Importa também destacar que a qualidade dos produtos é de extrema importância e por isso tem-se verificado um grande investimento em I&D, cerca de 7,5 M€ anualmente (AMORIM, 2016). Este departamento conseguiu reduzir para níveis insignificantes o 2,4,6 Tricloroanisol (2,4,6 TCA), composto responsável pelo sabor a cortiça no vinho.

A assinatura do grupo está nas rolhas dos melhores vinhos, nos mais improváveis objetos do quotidiano, artigos de desporto olímpico, absorventes de óleos e solventes orgânicos, monumentos de referência mundial, projetos rodoviários e ferroviários de última geração, naves espaciais, entre outros.

2.2. Estrutura da Empresa

A Corticeira Amorim é presidida por António Rios de Amorim e apresenta a estrutura formal representada no organigrama da figura 2.2.

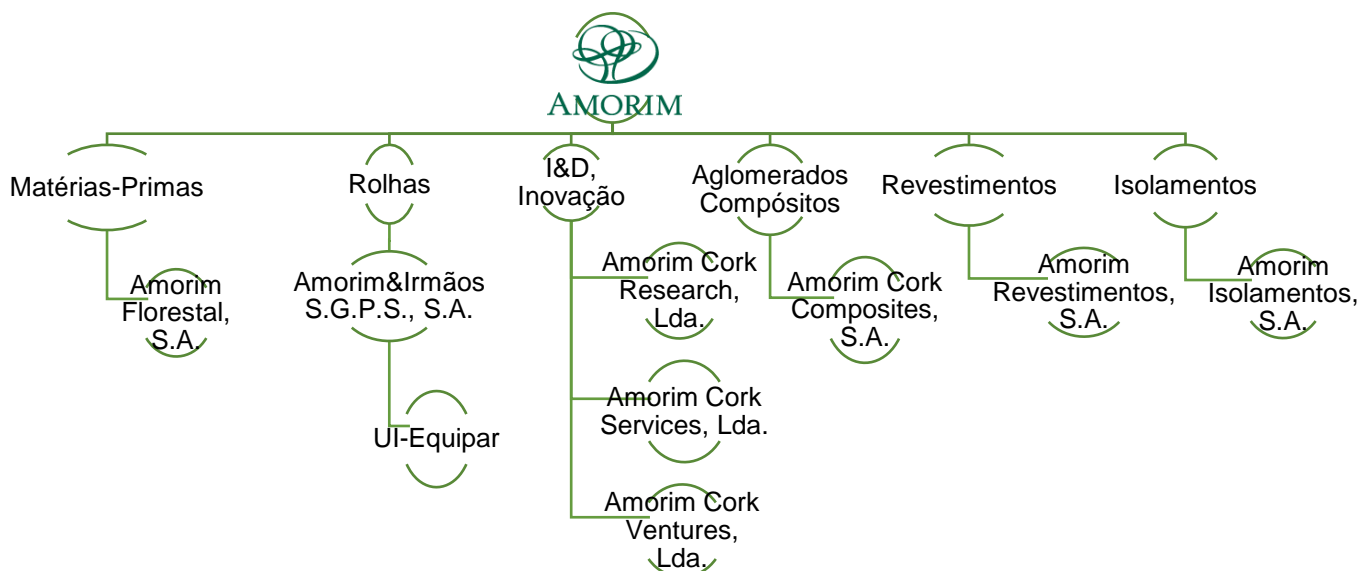


Figura 2. 2: Organograma da empresa.

Como já referido anteriormente, o presente estudo foi realizado numa das unidades industriais da empresa Amorim&Irmãos S.G.P.S., S.A, a UI-Equipar, que se dedica à produção de granulados e rolhas técnicas de cortiça (Amorim, 2016).

2.3. A Unidade Industrial Equipar (UI-Equipar)

A UI-Equipar situada em Coruche é atualmente a maior fábrica de rolhas técnicas de cortiça no mundo. Encontra-se subdividida por secções, de acordo com o tipo de produto sintetizado:

- Trituração – Produção de granulados;
- *Twin-Top* (TT) – Produção de rolhas técnicas de cortiça;
- Aglomerada (AGLO) – Produção de rolhas aglomeradas de cortiça;
- Equipar Distribuição (EQD) – Marcação e Tratamento de rolhas.

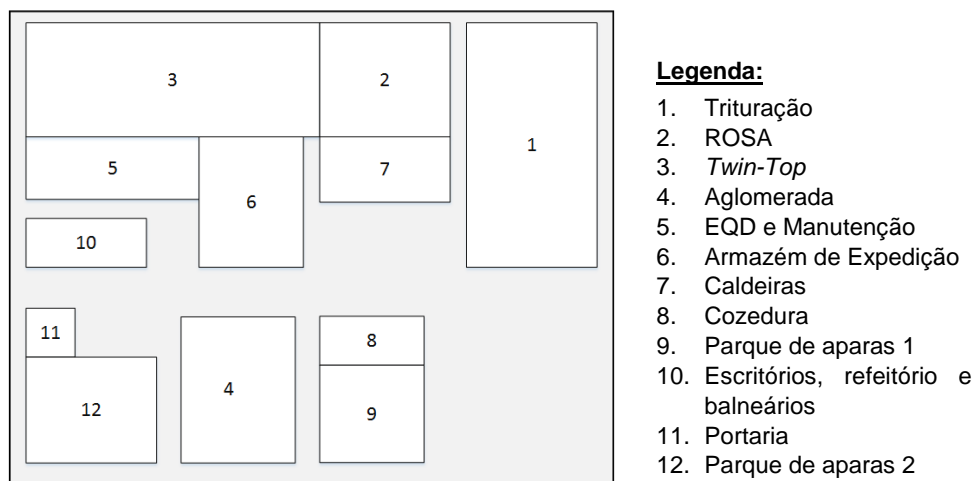


Figura 2. 3: Planta da UI-Equipar.

2.4. Produção de Rolhas Técnicas de Cortiça

A cortiça passa por várias etapas desde o descortiçamento do sobreiro até à transformação em rolhas. Temos como exemplo duas indústrias: a granuladora e a produtora de rolhas. A primeira utiliza como matéria-prima aparas de cortiça (refugo, barrigas, broca, tiras, aparas especial) para produção de granulado. A segunda usa o granulado produzido pela indústria granuladora como matéria-prima para o fabrico de rolhas técnicas e aglomeradas.

2.4.1. Processo de Produção de Rolhas

Na UI-Equipar produzem-se dois tipos de rolhas, as técnicas e as aglomeradas.

No esquema abaixo apresentado encontra-se o diagrama de blocos das etapas do processo produtivo de rolhas *Twin-Top*® e de rolhas Aglomeradas.

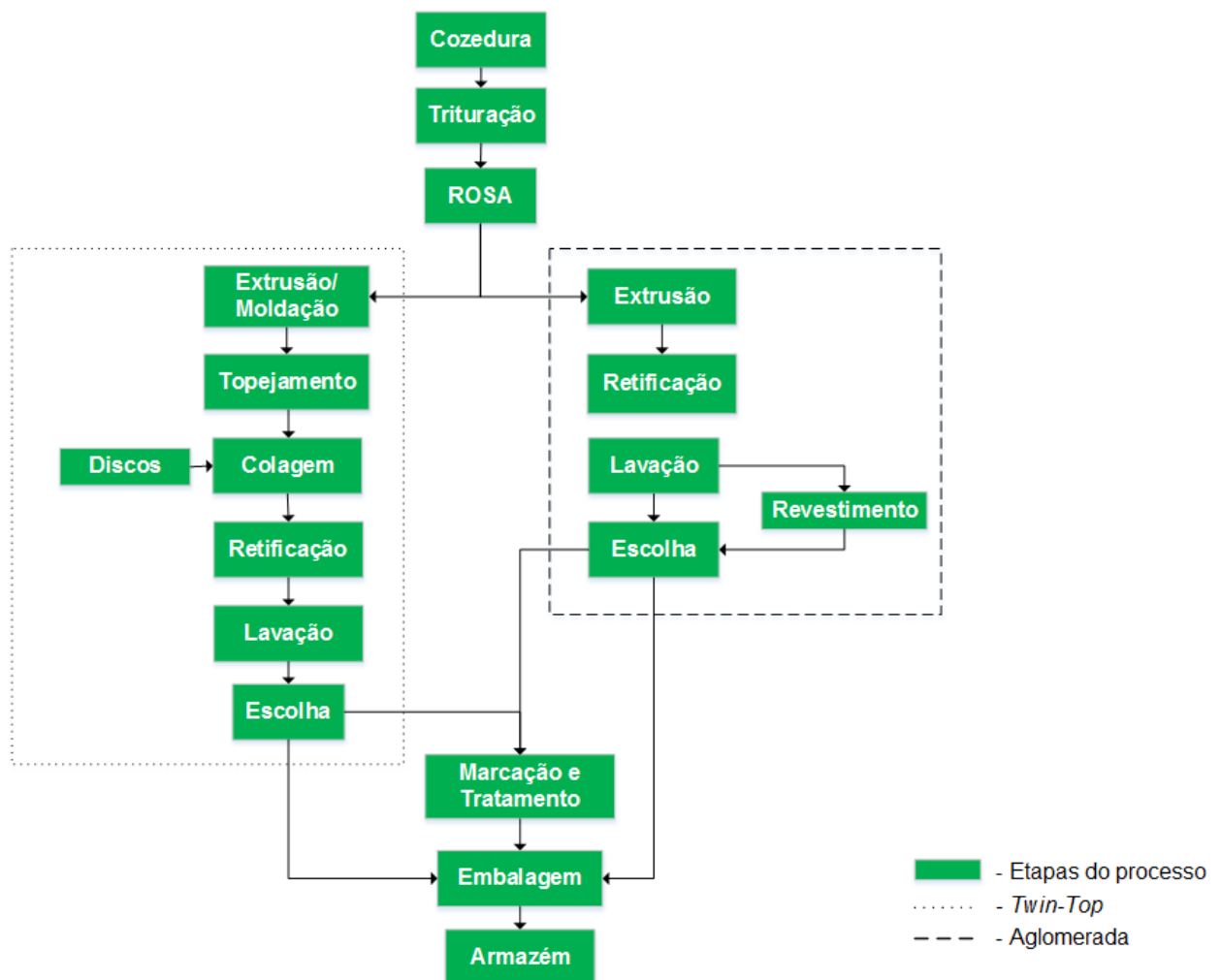


Figura 2. 4: Diagrama de blocos do processo de produção de rolhas aglomeradas e rolhas TT (UI-Equipar, 2016).

O presente estudo foca-se no processo produtivo da secção aglomerada, assim chamada porque se dedica exclusivamente à produção de rolhas aglomeradas.

2.4.2. Etapas do Processo Produtivo de Rolhas Aglomeradas

Cozedura: é a primeira etapa do processo onde as pranchas de cortiça são cozidas em tanques de aço inoxidável fechados e filtrados. O objetivo é limpar a cortiça, extrair substâncias hidrossolúveis, aumentar a espessura e a elasticidade e amaciar as pranchas.



Figura 2. 5: Pranchas de cortiça e tanque de cozedura.

Trituração: etapa após cozedura onde a matéria-prima (apara de cortiça) é triturada formando o granulado que irá ser processado até corpo da rolha.



Figura 2. 6: Aparas, trituração no moinho MDT e mesas densimétricas.

ROSA®: após a trituração, o granulado segue para o sistema ROSA (*Rate of Optimal Steam Adjustment*), onde é sujeito a um tratamento térmico com injeção de vapor, sobre pressão, que tem como objetivo a redução do 2,4,6 TCA da cortiça.

Na UI-Equipar existem dois sistemas ROSA que funcionam de forma idêntica:

- ROSA HITEC (aplicado a granulado RCT que tem como destino a produção de rolhas aglomeradas);
- ROSA Hard (aplicado a granulado RA e a granulado que tem como destino a produção de rolhas Twin Top).

Após ROSA o granulado é submetido a um período de estabilização, no mínimo de doze horas, para estabilização da massa volúmica. Após esse período passa num forno de Microondas (MO) sendo novamente submetido a um período de estabilização até que possa ser consumido na extrusão.



Figura 2. 7: Grupos ROSA e Secador.

Extrusão: é a etapa onde ocorre a aglomeração dos corpos de cortiça. É constituída por quatro linhas de extrusão, com oito extrusoras, cada uma delas com dois lados (A e B). Destas quatro linhas, três são dedicadas à extrusão de granulado RCT e uma à de granulado RA.

O granulado é misturado com cola, latex, parafina e água (se necessário) nas misturadoras, segundo receitas pré-estabelecidas. Depois de preparada, a mistura serve de alimentação para as máquinas extrusoras, através de um carro de abastecimento. A extrusão do bastão aglomerado ocorre a uma temperatura entre os 115°C e os 120°C. Cada extrusora tem 25 tubos de crescimento de bastões, de cada lado, que levam em média 18 min a crescer até serem cortados por uma serra móvel, dando origem aos corpos aglomerados. Estes seguem para cestos com o auxílio de um tapete rolante.

Nesta etapa é controlada a humidade, a massa volúmica e a permeabilidade a gases, assim como o comprimento e o diâmetro que dependem do tipo de rolha pretendido.



Figura 2. 8: Extrusão.

Retificação: nesta etapa do processo os corpos aglomerados adquirem as dimensões de comprimento e diâmetro tendo em consideração o calibre das rolhas pretendidas como produto final. Uma linha de retificação está subdividida em três máquinas: ponçadeiras (corrigem o diâmetro), topejadeiras (corrigem o comprimento) e chanfradeiras (onde se faz o chanfro).



Figura 2. 9: Linhas de Retificação.

Lavação: é o nome dado à etapa onde as rolhas, já com as suas configurações finais, são lavadas através da utilização de peróxido de hidrogénio, soda cáustica e outras substâncias químicas. Após a lavação, as rolhas adquirem uma determinada cor, alcançam a estabilidade química e passam a ter uma superfície homogénea.



Figura 2. 10: Lavação AGLO.

Escolha: consiste na avaliação das rolhas para verificar a existência de defeitos. Avaliam-se os dois topos (superior e inferior) e o corpo. A escolha pode ser feita manualmente (por operadores especializados), ou por máquinas (eletrónica). Caso se detetem defeitos nas rolhas, estas podem ser encaminhadas para rebaixe (para produzirem rolhas de calibre inferior) ou para lenhas (defeitos acentuados que tornam a rolha imprópria para rebaixe).



Figura 2. 11: Escolha Eletrónica.

Depois de escolhidas, as rolhas vão para o supermercado (onde se encontram em stock vários calibres). Posteriormente podem ser embaladas, para serem acabadas numa outra unidade industrial ou podem ir para a Equipar Distribuição (EQD), onde serão marcadas, tratadas e embaladas.

Embalagem: tal como o nome indica, nesta etapa as rolhas são contadas e embaladas, de acordo com a quantidade pretendida. A embalagem pode ser feita em sacos de ráfia ou sacos de plástico e estes podem ser colocados em caixas de cartão. As sacas ou caixas são depois colocadas em paletes, identificadas e encaminhadas para o armazém de expedição para serem vendidas.



Figura 2. 12: Embalagem.









Marcação e Tratamento: após a etapa da Escolha, as rolhas podem necessitar de marcação e tratamento, de acordo com as preferências do cliente a que se destinam. Para este fim, as rolhas têm de ser enviadas para a Equipar Distribuição (EQD), e é aqui que são marcadas, tratadas e embaladas.



Figura 2. 13: Marcação e Tratamento - EQD.

2.3.1 Produtos

- Granulados

Tipo de granulado	Descrição	Tamanho (mm)	Produto
<p>RCT (Rolha Champanhe Técnica)</p> 	Granulado de cortiça de maior granulometria.	3 - 7	
<p>RA (Rolha Aglomerada)</p> 	Granulado de cortiça de granulometria intermédia.	2 - 3	
 <p>RN (Rolha Neutrocork)</p>	Granulado de cortiça de granulometria fina.	1 - 2	
 <p>MB/BD</p> <p>AD</p>  <p>ADT</p>	Granulados de cortiça provenientes da trituração e representativos da fração de menor dimensão.	<p>0,5 – 1</p> <p>0,5 – 1</p> <p>1 – 2</p> <p>1 – 2</p>	Não aplicáveis na produção de rolhas.

- **Rolhas**

Twin-Top®: rolha técnica constituída por um corpo aglomerado de cortiça e por um disco de cortiça natural em ambos os topos. Ideal para vinhos frutados e aconselhada para vinhos não destinados a longos períodos de estágio na garrafa;

Twin-Top® Evo: versão avançada da rolha técnica Amorim, a Twin Top®, uma rolha com discos de cortiça natural de elevada qualidade em ambos os topos e um corpo de cortiça micro-granulada, destinada ao segmento de vinhos “popular *premium*”. Ideal para vinhos com notas florais e de frutos, que devem estagiar em garrafa durante um período até 36 meses.

Spark®: rolha destinada aos champanhes e espumantes de maior qualidade. É constituída por um corpo aglomerado, com dois discos de cortiça natural na extremidade que entra em contacto com o vinho.

Aglomerada: rolha constituída por um corpo aglomerado de cortiça e por produtos aglomerantes. Ideal para vinhos de consumo rápido;

Aglomerada para espumosos: rolha aglomerada destinada a bebidas com gás de consumo rápido, em que a gama de pressão interna não exceda 5 bar;

Advantec®: rolha aglomerada de referência para vinhos de grande rotação. É uma rolha de valor acrescentado na qual todas as medidas de prevenção e correção de TCA estão incorporadas, incluindo o internacionalmente conhecido Sistema ROSA®. Quando colorida com as mais diversas cores forma a linha **Advantec Colours®**, que é direccionada para um público mais jovem e para bebidas de consumo rápido.

Todas as rolhas produzidas na UI-Equipar podem ser semi-acabadas ou acabadas. (*Amorim, 2016*)

- **Evolução da quantidade de rolhas produzidas na UI-Equipar**

Tipo de Rolha \ Ano	Quantidade produzida (milhões)	
	2014	2015
Twin-Top®	594,9	605,4
Aglomerada	502,2	543,8

Estado da Arte

A aglomeração de rolhas técnicas de cortiça utiliza como principais matérias-primas o granulado de cortiça e um aglomerante de poliuretano. Sabendo que o granulado é produzido a partir de vários tipos de aparas, provenientes da cortiça com maiores defeitos este terá influência no problema em estudo. Começamos então por fazer uma breve abordagem ao estado da arte da cortiça, passando depois para o aglomerante e por último para o processo de aglomeração.

3.1. O Montado

Dá-se o nome de montado à típica paisagem alentejana cuja espécie dominante é o sobreiro. O montado de sobreiro é um dos ecossistemas mais ricos no mundo. Portugal possui a maior área do mundo de montado de sobreiro (34%), o correspondente a uma área de 736 mil hectares e 23% da floresta nacional (figura 3.1) (APCOR, 2016).

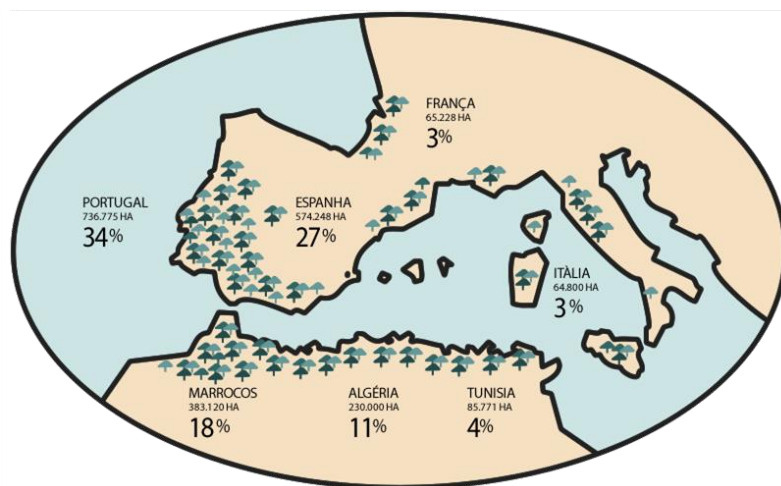


Figura 3. 1: Mapa da localização do montado.

3.2. O Sobreiro

O sobreiro, também designado como *Quercus suber* L., tem a capacidade de regenerar a própria casca e tem uma grande longevidade (vive em média de 150 a 200 anos), apesar dos muitos descortiçamentos a que é submetido ao longo da sua existência. Ocupa mundialmente 2,2 milhões de hectares com cerca de 1,4 milhões na região oeste mediterrânica, dos quais 736 775 se situam em Portugal e representam cerca de 50% da capacidade produtiva mundial. A restante capacidade encontra-se localizada em Espanha (31%), Itália, França e no norte de África (Marrocos, Tunísia e Argélia) (APCOR, 2016).

Uma das particularidades mais interessantes desta árvore é a produção de uma casca exterior formada por um tecido elástico, impermeável e isolante térmico: a cortiça (Oliveira e Oliveira, 2000).

3.3. O Descortiçamento

O ciclo de vida da cortiça, enquanto matéria-prima, começa com a extração da casca aos sobreiros, o chamado descortiçamento (APCOR, 2016).

No primeiro descortiçamento, a chamada desbóia, obtém-se uma cortiça de estrutura muito irregular e com uma dureza que se torna difícil de trabalhar. É a chamada cortiça virgem que será utilizada em outras aplicações que não as rolhas (como pavimentos, isolamentos, etc.). Nove anos depois, no segundo descortiçamento, obtém-se um material com uma estrutura regular, menos duro, mas ainda impróprio para o fabrico de rolhas e que se designa por cortiça secundeira. É só a partir do terceiro descortiçamento que se obtém a cortiça com as propriedades adequadas para a produção de rolhas de qualidade, uma vez que esta já apresenta uma estrutura regular com costas e barriga lisas. É a chamada cortiça amadia ou de reprodução (Campos, 2000).

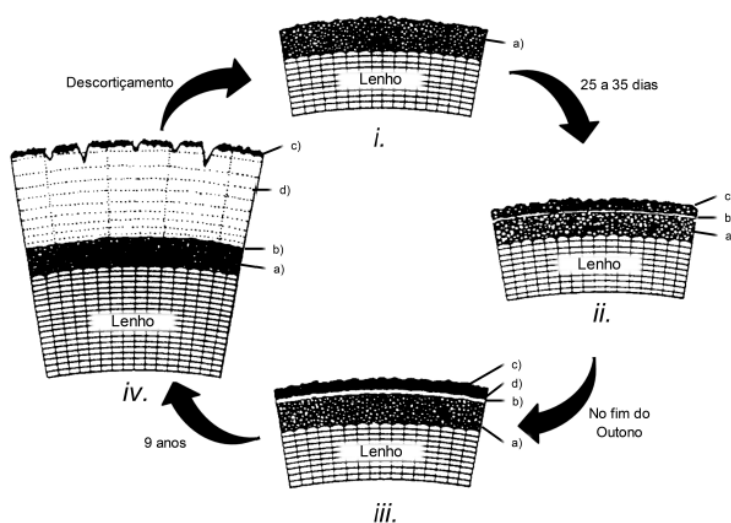


Figura 3. 4: Ciclo de exploração da cortiça (Natividade, 1950).

3.4. A Cortiça

O termo cortiça está vulgarmente associado à casca de uma árvore, o sobreiro. Tecnicamente, a cortiça não é mais que um tecido suberoso que faz parte do sistema da periderme (pele), um tecido composto por diversas camadas de células formadas maioritariamente por suberina. A cortiça é um material 100% natural, reciclável, reutilizável e renovável. Possui qualidades únicas, inigualáveis e que até hoje nenhum engenho humano conseguiu imitar ou ultrapassar (*Silva, 2010*).

3.4.1. Composição Química

Do ponto de vista químico, a cortiça constitui um produto natural peculiar, complexo e cuja valiosa matriz é difícil de estudar. Os constituintes químicos da cortiça classificam-se em seis categorias:

- Suberina (45%, elasticidade)
- Lenhina (27%, estrutura das paredes celulares)
- Celulose e polissacarídeos (12%)
- Taninos (6%, coloração)
- Ceróides (5%, impermeabilidade)
- Cinzas e outros compostos (5%)

A suberina é uma mistura de ácidos fenólicos ligados a longas cadeias de ácidos gordos (C14-C30) e a lenhina um polímero de três monómeros de fenilpropanoide (álcool de p-hidroxicinamil, álcool de coniferil e álcool de sinapil) (*Oliveira e Oliveira, 2000*).

3.4.2. Morfologia

Estruturalmente a cortiça é um tecido constituído praticamente por membranas celulares que definem alvéolos (ou células) poliédricas, e por isso não é apenas a estrutura do tecido que confere à cortiça as suas propriedades. As membranas celulares têm uma espessura mais fina nas células geradas na Primavera/Verão (1 a 1,25 μm) e maior nas células de Outono/Inverno (2 a 2,5 μm). Este facto associado à maior ou menor dimensão das células condiciona as propriedades físico-químicas da cortiça (*Gil, 1998*).

A parede celular das células de cortiça apresenta cinco camadas (figura 3.3): duas de natureza celulósica que forram as cavidades celulares (parede terciária); duas mais interiores suberificadas que conferem impermeabilidade (parede secundária); uma camada média lenhificada que confere rigidez e estrutura (parede primária).

As camadas suberificadas apresentam lamelas alternadas de suberina e ceras (*Natividade, 1950*).

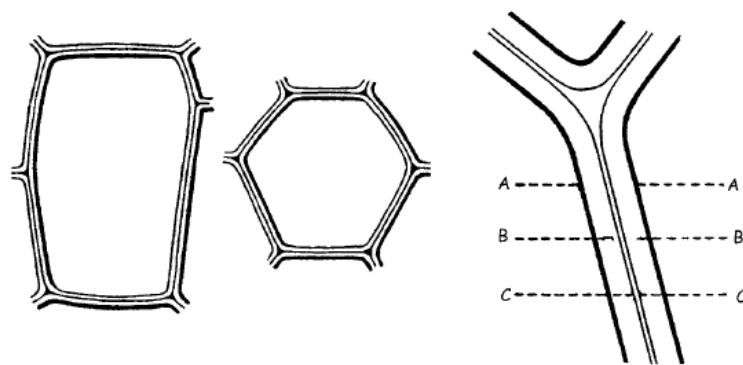


Figura 3. 7: Corte das paredes celulares da cortiça e sua constituição por camadas.

A – parede terciária; B – parede secundária; C – parede primária.

A estrutura da cortiça é anisotrópica (propriedade física que varia com a direção). As três principais direções definidas para este material são a radial (segundo o raio da árvore), a axial (direção vertical na árvore) e a tangencial (perpendicular às outras duas, tangente à circunferência da secção da árvore) (Natividade, 1950). As secções perpendiculares a estas direções são respetivamente designadas por tangencial, transversal e radial (Silva, 2014).

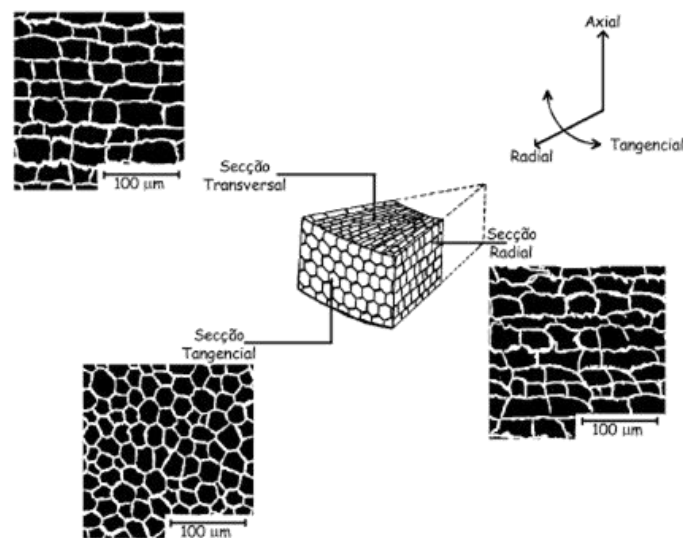


Figura 3. 10: Disposição das células de cortiça segundo três direções de corte.

3.4.3. Porosidade

A qualidade visual da cortiça é afetada pela sua porosidade. Quando se fala em porosidade não se pode ter em consideração unicamente o número de poros existentes numa determinada área de cortiça, mas também a percentagem de área que esses mesmos poros ocupam. Existe uma

porosidade intrínseca da cortiça natural e uma porosidade aparente referente à porosidade criada pela aglomeração.

Um estudo realizado anteriormente permitiu observar a distribuição dos poros ao longo de um corpo aglomerado. As figuras 3.5 e 3.6 são o exemplo de um corpo bem aglomerado e de um mal aglomerado, respetivamente (os pontos a vermelho indicam os poros presentes em cada rolha) (Gomes, 2015).

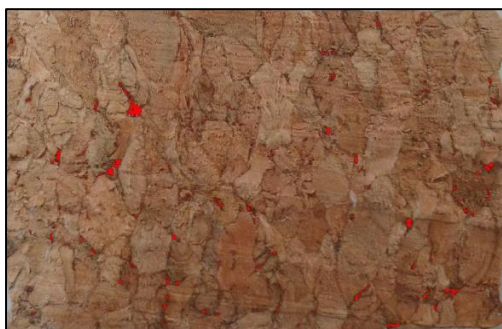


Figura 3. 5: Corpo bem aglomerado.

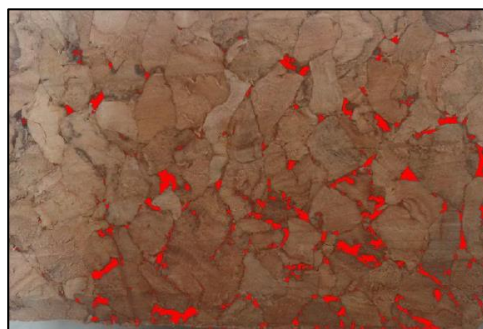


Figura 3. 6: Corpo mal aglomerado.

Na figura 3.6 é evidente que a aglomeração não foi tão eficiente. Observam-se não só mais poros, como também de maiores dimensões. Um corpo com absorção acima de 40% apresenta em média 525 poros, o que equivale a uma área específica de 2,2%. (Gomes, 2015).

Com o intuito de complementar o ensaio da medição da porosidade foi ainda feita uma análise microscópica dos corpos.

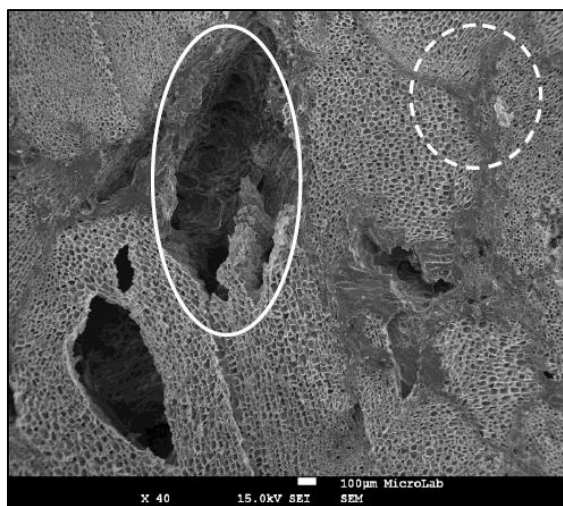


Figura 3. 7: Exemplo de uma zona porosa de um corpo com 20% de absorção (Gomes, 2015).

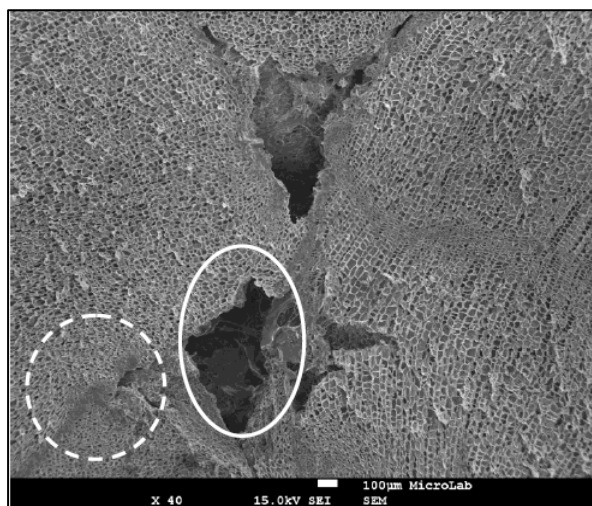


Figura 3. 8: Exemplo de uma zona porosa de um corpo com 40% de absorção. (Gomes, 2015).

Microscopicamente não se observaram diferenças significativas entre os corpos e a estrutura molecular é semelhante, no entanto foram encontrados mais poros no corpo com 40% de absorção. Nas zonas delimitadas a tracejado é notória a diferença estrutural das células da cortiça de grânulo para grânulo (Gomes, 2015).

3.4.4. Impermeabilidade

É a presença, na parede celular, de camadas alternadas de suberina e cerina (sobretudo a primeira) que, como substâncias de baixa polaridade e, portanto, hidrófobas, tornam a cortiça muito pouco permeável à passagem de líquidos e gases (Silva, 2010).

Uma das propriedades da cortiça mais mencionadas é a sua estabilidade química e impermeabilidade. Contudo não se pode dizer que a cortiça seja um material 100% impermeável. Na realidade as suas células possuem uma permeabilidade baixa que lhe é conferida pelos teores de suberina existentes nas suas paredes (aproximadamente 40%). No entanto durante o tratamento industrial da cortiça ocorre absorção de água pelas suas células, levando a alterações de massa, volume e dimensões (Silva, 2010).

3.5. O Aglomerante

Sendo a colagem do granulado um fator determinante para a boa aglomeração é importante perceber como é sintetizado o aglomerante (pré-polímero de poliuretano), e como ocorre a polimerização do mesmo.

3.5.1. A Química dos Poliuretanos

Diz-se que um polímero é constituído por poliuretano quando este contém um certo número de grupos uretano na cadeia polimérica. Isto significa que o polímero de poliuretano pode conter outros grupos, como o grupo ureia, éter, éster, alofanato, biureto, entre outros. São estes grupos e a forma como se estruturam ao longo da cadeia que definem muitas das propriedades do produto final (Doyle, 1971).

A reação base de formação de um poliuretano ocorre entre um álcool e um isocianato, que reagem para dar origem ao grupo uretano (Vilar, 2002):

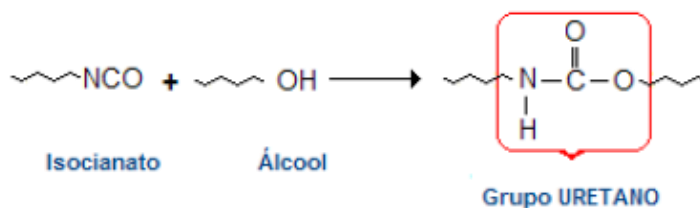


Figura 3. 13: Reação base de formação do grupo uretano.

A reação de polimerização é, neste caso, uma reação de poliadição por passos, sem produtos de condensação (figura 3.10). Em termos cinéticos a reação caracteriza-se por um aumento gradual do grau de polimerização ao longo do tempo com os monómeros a serem rapidamente consumidos no início da síntese com formação quase imediata de dímeros e trímeros (Bill Meyer, 1984).



Figura 3. 16: Reação de formação do polímero de poliuretano a partir de um diól e de um diisocianato.

A estrutura do grupo isocianato pode ser descrita pelas estruturas de ressonância indicadas na figura 3.11. A reação mais frequente do grupo isocianato é a de adição à ligação dupla por ataque nucleófilo inicial ao grupo carbonilo. O hidrogénio móvel da molécula atacante é então fixado pelo par de eletrões do átomo de azoto (Solomons, 2000).

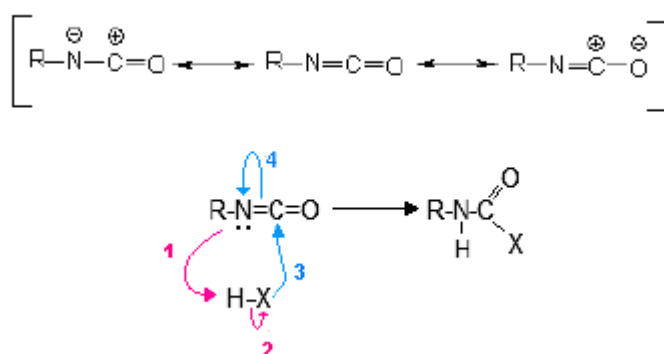
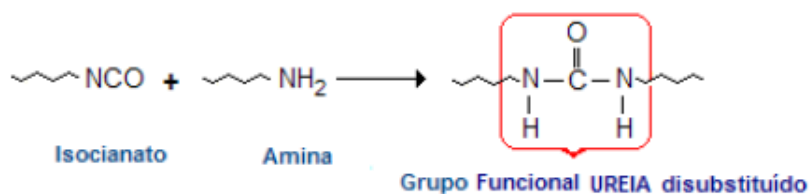


Figura 3. 19: Estruturas de ressonância que descrevem o grupo Isocianato e representação esquemática do ataque nucleófilo ao grupo carbonilo.

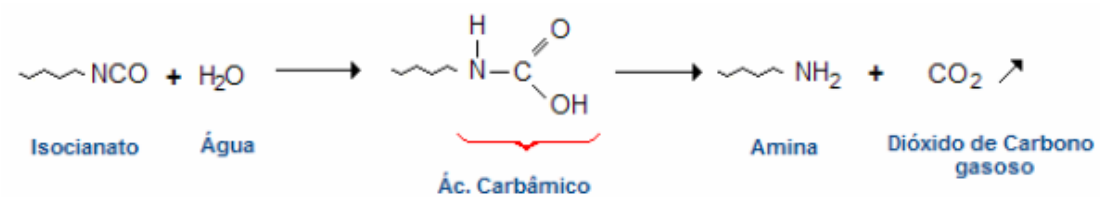
3.5.2. Reações secundárias do grupo funcional isocianato

Para além da reação de formação do grupo uretano podem considerar-se 4 reações principais nos poliuretanos, resultantes da reatividade dos grupos funcionais isocianato:

- Reação com aminas formando ureia;

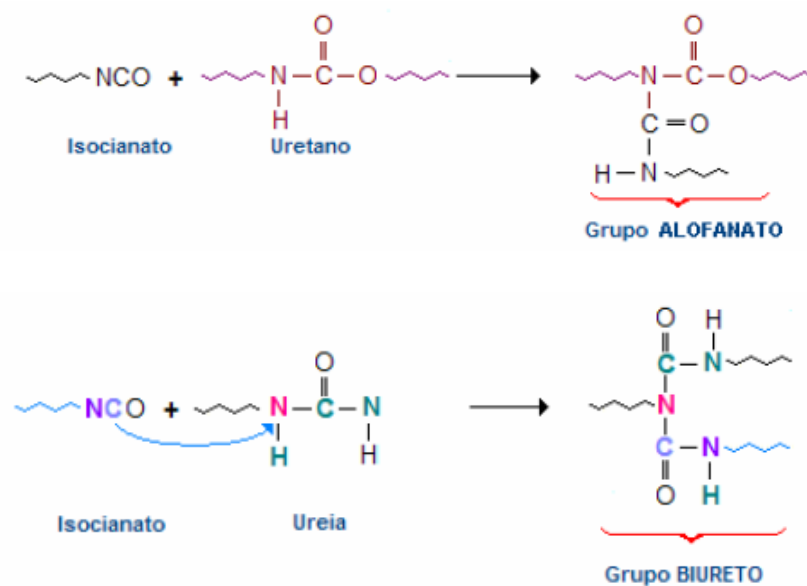


- Reação com água originando poliureia com liberação de dióxido de carbono;



Na reação dos isocianatos com a água é formado um ácido carbâmico que se decompõe em dióxido de carbono e na amina correspondente. Esta reage imediatamente com o isocianato, formando ureia. A liberação do CO₂ ocasiona a expansão do polímero e é por isso possível utilizar a água como agente expensor na produção de espumas de poliuretano, sempre que a viscosidade e a tensão superficial sejam adequadas (Silva, 2005).

- Reação com os grupos funcionais uretano e ureia



A formação de ligações cruzadas alofanato e biureto resultam da reação a temperatura elevada dos grupos uretano e ureia com o isocianato. Estas reações são reversíveis e ocorrem a temperaturas superiores a 110°C, podendo ser classificadas como lenta e muito lenta, respetivamente (Vilar, 2002).

3.5.3. Os pré-polímeros de poliuretano

Atualmente a tecnologia de poliuretanos permite que estes sejam obtidos através de um processo de uma etapa, onde todos os componentes são adicionados num passo único, ou através de um processo de duas etapas no qual os pré-polímeros assumem um papel fundamental (Vilar, 2002).

Numa primeira etapa faz-se reagir um poliol com um excesso de isocianato, obtendo-se o pré-polímero: uma macromolécula intermediária com grupos terminais reativos (figura 3.12).

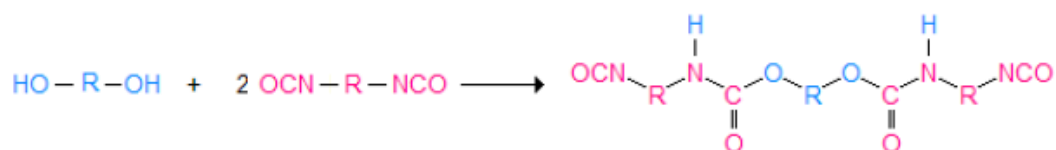


Figura 3. 22: Reação de formação do pré-polímero de poliuretano com terminações NCO.

O processo de cura ocorre numa fase posterior, após a adição de um agente reticulante que pode ser um poliol, uma amina ou simplesmente água por exposição à humidade atmosférica.

Os pré-polímeros são habitualmente líquidos viscosos produzidos industrialmente em reatores descontínuos agitados. O isocianato e o poliol são adicionados ao reactor nas proporções determinadas em função do teor NCO desejado. A reação é conduzida sob forte agitação e atmosfera inerte a uma temperatura máxima de 100°C de modo a evitar a formação de ligações cruzadas alofanato (Young, 2002).

Comercialmente existe uma grande variedade de pré-polímeros disponíveis, produzidos a partir de diferentes polióis e isocianatos, e com teores de NCO que podem ir desde os 20%, como os utilizados em espumas microcelulares na indústria de calçado até valores tão baixos como 1 a 2%, utilizados na produção de aglomerantes para cortiça (Viana, 2007).

3.5.4. A Utilização de Aglomerantes de Poliuretano na Indústria Corticeira

No passado a indústria corticeira utilizava como aglomerantes resinas fenólicas, resinas cardólicas e resinas ureia-formaldeído. Atualmente a maioria dos aglomerantes são pré-polímeros de poliuretano (Viana, 2007).

Na produção de rolhas de cortiça são habitualmente empregues colas à base de TDI (tolueno diisocianato) com teores de isocianato livre entre 3,5 a 5%, possíveis devido à diferença de reatividade dos isómeros 2,4-TDI e 2,6-TDI (figura 3.13) (Fabrires, 2016).

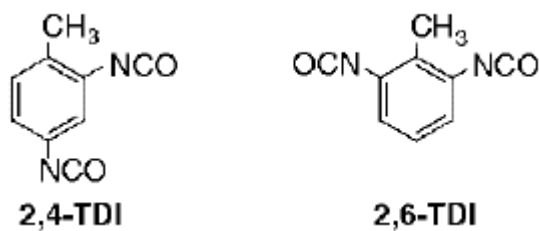


Figura 3. 25: Isómeros de TDI.

As vantagens da sua utilização no fabrico de rolhas são as seguintes:

- Excelente resistência ao calor e humidade;
- Grande resistência mecânica;
- Inócuas (sem emissões ou migrações, quando puras);
- Certificadas para contacto alimentar;
- Permitem a fabricação de produtos rígidos ou altamente flexíveis;
- Excelentes características físico-mecânicas da rolha de cortiça.

Sendo que existem também algumas desvantagens, tais como:

- Produzidas a partir de matérias-primas de base petroquímica (instáveis no preço e exauríveis);
- Algumas resinas com alto teor de TDI livre (questões de saúde e segurança no seu fabrico e manuseamento).

3.6. Aglomeração

A extrusão é a etapa do processo produtivo onde é feita a aglomeração. Esta é antecedida de duas fases distintas: elaboração da mistura, alimentação das máquinas extrusoras.

Na figura 3.14 encontram-se as matérias-primas utilizadas na fase de mistura:

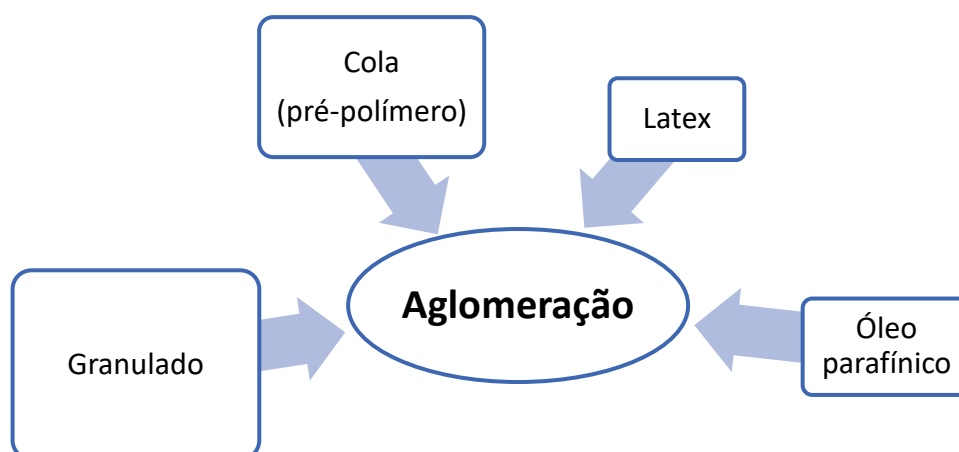


Figura 3. 28: Matérias-primas utilizadas na aglomeração de cortiça.

- **Elaboração da mistura**

As misturas são feitas nas misturadoras, através de uma receita pré-definida. É introduzido em primeiro lugar o granulado, segundo um doseamento volumétrico. Este doseamento não é ajustado de acordo com a massa volúmica do granulado, podendo por isso ser um problema para a ocorrência de má aglomeração. De seguida o operador verifica com o auxílio do Aqua-Boy (AB) a humidade superficial do granulado, sendo a especificação entre 7,5 a 9,5%. Se o resultado estiver abaixo de 7,5% deve ser adicionada água, para que a humidade seja acertada para a especificação. Caso contrário (>9,5%), a mistura deve ser agitada para que o granulado perca alguma humidade.

Segue-se depois a adição de cola, de látex e por fim de óleo parafínico.

A adição dos produtos químicos é feita num único ponto de alimentação, o que poderá provocar uma mistura pouco homogénea e consequentemente uma aglomeração menos eficiente.

A cola é um pré-polímero de poliuretano (PU) resultante da reação entre polióis e diisocianato de tolueno (TDI). Apresenta-se como um líquido incolor, transparente ou ligeiramente amarelado, sem materiais em suspensão e com um baixo teor em TDI livre. Este teor deverá ser alto o suficiente para garantir que a cola não polimerize na extrusora, mas sim nos tubos (deverá estar entre 3,5 e 5%) (Fabrires, 2016).

Por definição o látex é utilizado para melhorar a dispersão dos componentes da mistura (ligação das componentes água à cola) e o crescimento das partículas. Para além de conferir elasticidade ao bastão e melhorar os valores de torção e elasticidade da rolha, não reage com o pré-polímero. Como é um produto aquoso há que contabilizar a humidade que este insere no processo (somada à humidade superficial do granulado). Por exemplo, se um granulado tiver uma humidade elevada a adição de látex pode fazer com que o aglomerante de PU não reaja corretamente. A humidade da mistura não deverá ser inferior a 6% ou superior a 12% (Fabrires, 2016).

O óleo parafínico é utilizado apenas como lubrificante, por forma a facilitar a passagem dos bastões nos tubos das extrusoras, não tendo influência na reação de polimerização da cola (Fabrires, 2016).

- **Alimentação das máquinas extrusoras**

A alimentação das máquinas extrusoras é feita através de um carro de abastecimento (com aproximadamente 10 kg de granulado) que se encarrega de abastecer as mesmas. Uma mistura leva cerca de 45 min a ser totalmente consumida. A este tempo dá-se o nome de idade da mistura.

A operação de extrusão é feita a uma temperatura entre 115°C-120°C para garantir que o bastão sai bem aglomerado, em conjugação com o tempo de cozedura que deverá ser o suficiente para que os bastões saiam bem aglomerados, mas não queimados.

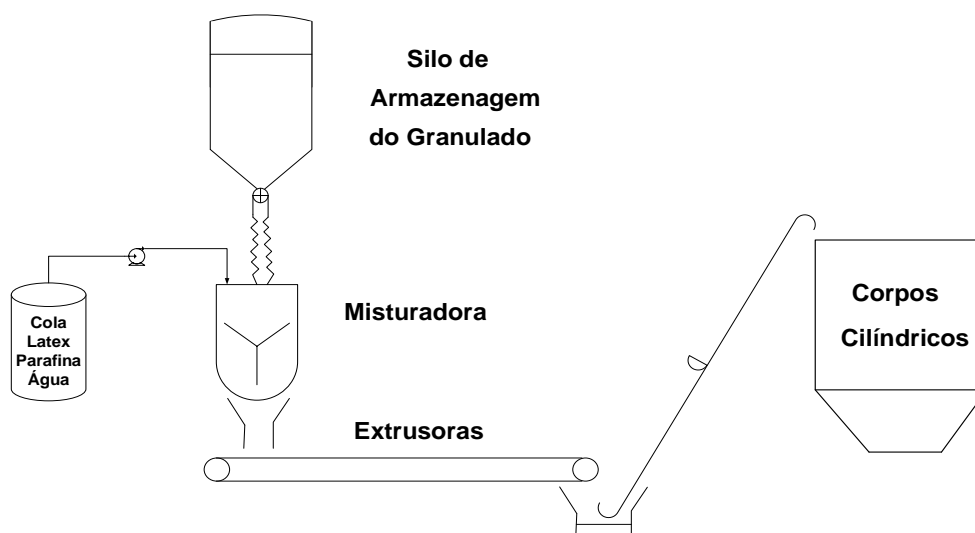


Figura 3. 31: Esquema representativo do processo de extrusão.

Fundamentos Teóricos

No presente capítulo são apresentados os conceitos teóricos e matemáticos essenciais ao estudo desta dissertação. Incide sobre Ferramentas da Qualidade e Desenho de Experiências.

4.1. Ferramentas da Qualidade

Ao longo do século XX foram desenvolvidas as chamadas Ferramentas da Qualidade que, embora bastante simples, têm contribuído decisivamente para a resolução estruturada dos mais variados problemas, permitindo assim uma melhoria contínua do desempenho, tanto de empresas industriais como de organizações vocacionadas para a prestação de serviços. As Ferramentas da Qualidade têm finalidades distintas, pelo que em cada fase da resolução de um problema podem ser aplicadas várias ferramentas. Idealmente, as ferramentas deviam ser do conhecimento de todos os colaboradores de uma organização e utilizadas de forma rotineira para identificar oportunidades de melhoria, eliminar atividades sem valor acrescentado e reduzir a variabilidade de produtos e processos (*Pereira e Requeijo, 2012*).

Para se estudar o fenómeno de má aglomeração em rolhas técnicas de cortiça foram tidas em conta: a análise de modos de falha e efeitos (AMFE), o estudo de perigos e operacionalidade (HAZOP), o Brainstorming, e os Diagramas de Ishikawa. De seguida será feita uma breve abordagem a cada uma delas.

4.1.1. Análise dos Modos de Falha e Efeitos (AMFE)

A AMFE (em inglês FMEA – Failure Mode and Effects Analyse) foi desenvolvida pela NASA em meados da década de 1960, na indústria aeroespacial, que utilizava o procedimento com o objetivo de testar e melhorar o hardware dos seus programas espaciais. Na atualidade a AMFE tem apresentado aplicações em diversas indústrias e já abarcou novos segmentos, tal como a indústria farmacêutica e até mesmo casos de uso do modelo das falhas na gestão hospitalar (*Cruz, 2009*).

É uma técnica essencialmente preventiva, que tem como objetivo assegurar que todos os modos potenciais de falha, bem como os respectivos efeitos e causas, são devidamente identificados e analisados (*Pereira, 2014*).

4.1.1.1. Importância da AMFE

A metodologia AMFE é importante porque pode proporcionar para a empresa (*Pereira, 2014*):

- Uma forma sistemática de se catalogar informações sobre as falhas dos produtos/processos;
- Um melhor conhecimento dos problemas nos produtos/processos;
- Ações de melhoria no produto/processo, baseadas em dados (melhoria contínua);
- A diminuição de custos por meio da prevenção de ocorrência de falhas;
- O benefício de incorporar dentro da empresa uma atitude de prevenção de falhas, uma atitude de cooperação e de trabalho em equipa e a preocupação com a satisfação dos clientes.

4.1.1.2. Tipos de AMFE

Existem dois tipos distintos de AMFE (de Projeto e de Processo), ambos podem ser aplicados tanto no desenvolvimento do projeto do produto como do processo (*Palady, 1997*).

- **AMFE do Projeto:** Neste tipo são consideradas as falhas que poderão ocorrer com o produto dentro das especificações do projeto. O objetivo desta análise é evitar falhas no produto ou no processo decorrentes do projeto. É comumente denominada também de AMFE de Produto.
- **AMFE do Processo:** São consideradas as falhas no planeamento e execução do processo, ou seja, o objetivo desta análise é evitar falhas do processo, tendo como base as não conformidades do produto.

4.1.1.3. Conceitos Fundamentais

Causa

- Deficiência do sistema que provoca um determinado modo de falha;
- Necessário identificar, para cada modo de falha potencial, a(s) sua(s) causa(s).

Modo de falha

- Modo como se produz uma falha de um produto ou componente;
- Necessário identificar para cada uma das funções do produto, todos os modos possíveis de falha.

Efeito

- Consequência, no produto ou no componente, da ocorrência do modo de falha;
- Necessário analisar, para cada modo de falha, o(s) efeito(s) sobre o componente e produto, tal como apercebido pelo cliente (interno ou externo).

4.1.1.4. Metodologia geral do desenvolvimento de uma AMFE

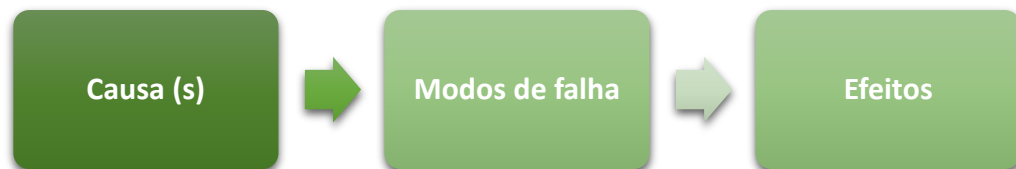


Figura 4. 1: Esquema representativo da metodologia do desenvolvimento de uma AMFE.

A implementação da AMFE é realizada a partir da utilização de técnicas qualitativas (*brainstorming*) e quantitativas (análise dos modos de falhas e efeitos) (*Grunske, 2011*).

Na primeira fase o processo depende essencialmente das capacidades individuais das equipas. Portanto a qualidade dos resultados depende da habilidade dos membros do grupo para identificar as causas que levam à ocorrência dos efeitos. Na segunda fase utiliza-se o cálculo do NPR (Número de Prioridade de Risco) para avaliar a gravidade, a ocorrência e a deteção das falhas (GOD) e, em seguida, priorizam-se as ações de correção necessárias (*Grunske, 2011*).

Os métodos de aplicação da AMFE podem diferir ligeiramente, mas há fases típicas que são comuns a todos eles (*Pereira, 2014*):

1. Recolha e análise de informação;
2. Constituição de uma equipa multidisciplinar;
3. Identificação dos efeitos que levam aos modos de falha em análise;
4. Determinação das causas;
5. Análise da gravidade dos efeitos;
6. Índice de ocorrência do modo de falha;
7. Índice de deteção da causa/modo de falha;
8. Cálculo e análise do NPR (Número de Prioridade de Risco) para cada efeito;
9. Elaboração de um plano de ações corretivas, que inclua por exemplo um DOE.

4.1.1.5. Número de Prioridade de Risco (NPR)

O NPR é um indicador de avaliação da falha que permite hierarquizar prioridades de acção.

$$NPR = G \times O \times D$$

Equação 4.1: Cálculo do Número de Prioridade de Risco.

Onde,

G: gravidade do efeito provocado pelo modo de falha

O: índice de ocorrência

D: índice de deteção

Cada parâmetro classificado segue uma escala, de 1 a 10 (de acordo com as tabelas apresentadas no anexo A). Quanto menor for o NPR melhor, pois significa que o risco é menor. O efeito que tiver um NPR maior, terá prioridade para ser corrigido (Pereira, 2014).

4.1.2. Estudo de Perigos e Operacionalidade - Método HAZOP

HAZOP é o método mais abrangente e usado para a identificação de risco na indústria química. Surgiu derivado a um procedimento conhecido como *critical examination* (exame crítico), apresentado por Lawley em 1974, com o propósito de expor uma metodologia desenvolvida na Divisão Petroquímica da ICI (*Imperial Chemical Industries*). (Quintella, 2011).

O método promove uma procura sistemática e exaustiva de desvios do processo normal que podem provocar consequências graves (Jacinto, 2014). É realizado por uma equipa, em que pessoas de diferentes funções dentro de uma empresa são estimuladas a fazerem uso da criatividade, para que os “esquecimentos” sejam evitados, e a compreensão dos problemas de diferentes áreas e interfaces do sistema em análise seja atingida (Lawley, 1974).

Utiliza palavras-chave para guiar a pesquisa e ajudar a identificar desvios perigosos. Por ser um método muito orientado para a indústria de processo, o seu campo de aplicação é também muito específico, nomeadamente: a indústria química de processo, a indústria farmacêutica e, mais recentemente, a indústria alimentar. É especialmente recomendado para o projecto de novas instalações ou quando se fazem alterações de vulto a instalações e processos já existentes (Jacinto, 2014).

4.1.2.1. Base de funcionamento

Os elementos característicos de uma análise HAZOP são (Jacinto, 2014):

INTENÇÃO – a instalação é analisada em partes (sub-processos). Para cada parte é definida a “intenção”, ou seja: “como se espera que ela funcione normalmente”.

DESVIO – são todos os desvios possíveis em relação ao funcionamento planeado e que possam conduzir a situações perigosas.

PALAVRAS-CHAVE – servem para guiar a pesquisa e identificar vários tipos de desvios. Esta é a característica mais relevante do método.

EQUIPA – a análise é sempre executada por uma equipa multidisciplinar, com especialistas de várias áreas.

Tabela 4. 1: Palavras-Chave no método HAZOP.

Palavra-chave	Significado
Não / Nada	Nenhuma parte de intenção é conseguida. Nada mais acontece.
Mais	Aumento quantitativo (ex: temperatura ou fluxo). Uma variável “por excesso – a mais”.
Menos	Redução quantitativa. Uma variável “por defeito – a menos”.
Também / de igual forma	Aumento qualitativo. A intenção original foi totalmente conseguida, mas também aconteceu outra atividade adicional; aconteceu qualquer coisa extra, para além do planeado.
Parte de	Redução qualitativa. Só uma parte da intenção foi conseguida.
Reverso / ao contrário	Aconteceu algo com lógica contrária à intenção; (ex: fluxo de material na direção oposta).
Outro / Diferente	Substituição completa. Nenhuma parte da intenção é conseguida. Acontece outra coisa muito diferente.

4.1.2.2. Estrutura básica para aplicação do método HAZOP

Na figura 4.2 apresenta-se a estrutura básica para a aplicação do método HAZOP. Esta estrutura consiste em combinar as palavras-chave com variáveis do processo identificando um desvio, e em seguida, identifica as causas, as consequências de possíveis eventos indesejados, e por último são colocadas ações que visam reduzir ou minimizar o risco (Kletz, 1992).

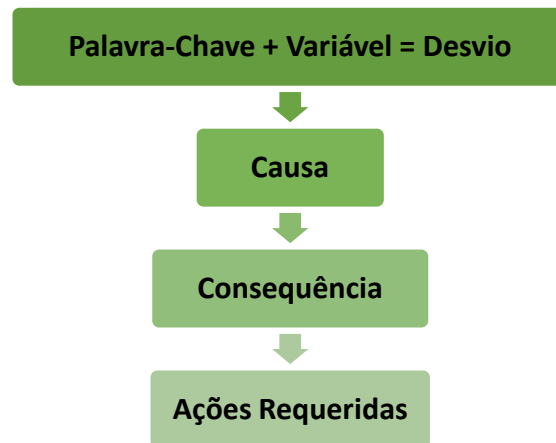


Figura 4. 2: Estrutura básica do método HAZOP.

4.1.2.3. Vantagens e Desvantagens

As grandes vantagens desta técnica são: a forma estruturada da implementação do método e a criação de uma equipa de trabalho envolvendo os aspetos de motivação e criatividade (Jacinto, 2014).

A principal desvantagem na aplicação do HAZOP é ter custos elevados, precisar de uma equipa alargada e especializada, e para além disso, ser uma análise completa consumindo muito tempo (Jacinto, 2014).

4.1.3. O *Brainstorming*

O *Brainstorming* é um método de ideias criativas, utilizado no trabalho em equipa, que é imprescindível para a aplicação adequada de qualquer das ferramentas da qualidade. Compreende, geralmente, três fases: na primeira, os membros do grupo apresentam as suas ideias sobre um determinado tema; na segunda, procede-se a uma revisão das ideias expostas, eliminando-se, eventualmente, algumas delas; finalmente, procede-se a uma seleção mais refinada das ideias e a um agrupamento por prioridades (Pereira e Requeijo, 2012).

4.1.4. O Diagrama de Ishikawa

Uma vez identificado um problema que mereça um estudo mais profundo, devem ser analisadas as causas potenciais que o podem originar. O Diagrama de Ishikawa, desenvolvido por Kaoru Ishikawa em 1943, procura relacionar graficamente as causas com os efeitos (problemas) que as mesmas produzem. Esta ferramenta, também conhecida por Diagrama de Causa-e-Efeito ou Diagrama em Espinha-de-Peixe, é particularmente adequada para o desenvolvimento de trabalho em equipa.

A construção de um Diagrama de Ishikawa passa habitualmente por:

- Definir claramente o problema

Assim, a equipa de trabalho deve discutir todos os contornos do problema em questão de forma a identificar claramente as suas características e a definir com exatidão um título para o problema ou efeito. Traça-se uma linha horizontal central e descreve-se o problema (efeito), à direita do Diagrama.

- Identificar as causas do problema

As causas conducentes a um determinado efeito podem ser classificadas a vários níveis cujo número vai depender do maior ou menor detalhe da análise efetuada pela equipa.

As chamadas causas gerais ou principais têm uma influência direta no problema a ser resolvido. Em contextos produtivos é habitual considerarem-se seis categorias de causas gerais (6M) que se têm revelado adequadas à maioria dos problemas existentes: Mão-de-obra, Métodos, Meio Ambiente, Máquinas, Materiais e Medições.

No entanto, esta definição de categorias não é obrigatória, podendo a equipa estabelecer outra classificação que melhor se adegue à sua situação.

As categorias indicadas são representadas por setas oblíquas que convergem para o eixo horizontal do Diagrama.

A equipa de trabalho procura identificar o máximo de causas possíveis (reais ou potenciais) para o problema. Uma técnica particularmente útil nesta fase é o *Brainstorming*. Em seguida, cada causa é afetada a uma das categorias previamente consideradas.

Cada categoria pode ser subdividida tantas vezes quantas as necessárias para melhor agrupar e clarificar as causas do problema. No entanto, é habitual cada categoria ser ramificada até um máximo de três vezes. Completa-se então o Diagrama, como no exemplo da figura 4.3.

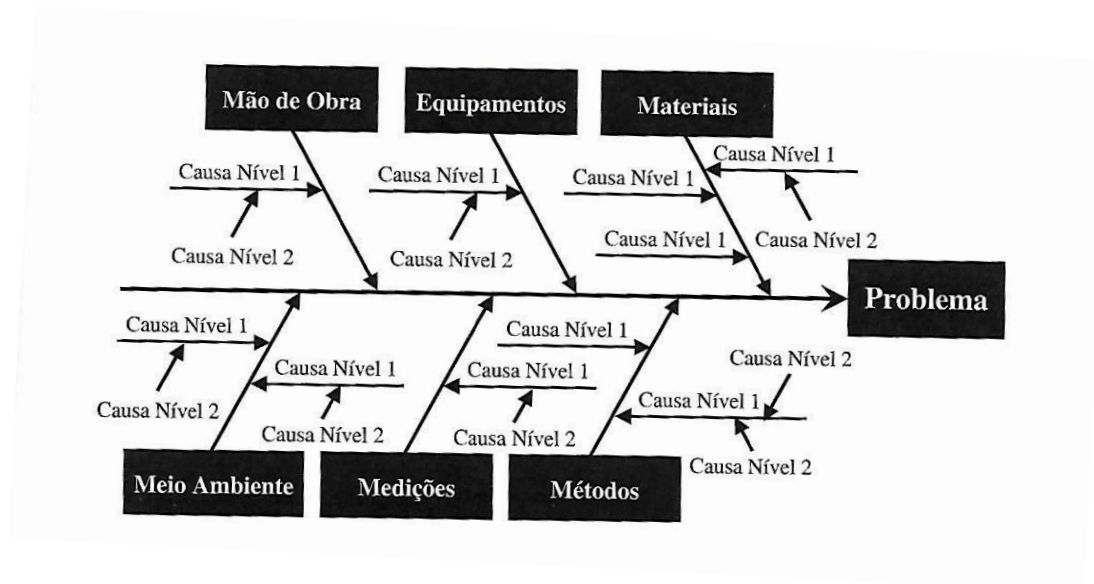


Figura 4. 3: Diagrama de Ishikawa (Causa-e-Efeito).

- Selecionar as causas mais prováveis

Uma vez concluído o Diagrama, proceder-se à análise do mesmo para selecionar as causas que terão maior probabilidade de estar na origem do problema. Estas são numeradas de 1 a 10, na fase do brainstorming com a equipa. Consideram-se geralmente 4 a 5 causas mais prováveis.

- Definir e Implementar ações corretivas

Definem-se em seguida as ações necessárias para eliminar as causas do problema, nomeiam-se os responsáveis pela respetiva implementação e estabelecem-se os prazos para a sua execução.

- Avaliar a eficácia das ações implementadas

Deve avaliar-se a eficácia das ações implementadas e proceder-se por fim, à divulgação dos resultados obtidos.

É importante referir que o Diagrama de Ishikawa, embora de extrema utilidade, apenas permite uma seleção qualitativa das causas que podem provocar um determinado efeito baseada nos juízos feitos pelos membros da equipa. Para determinar de forma quantitativa se tais causas estão a ter um efeito verdadeiramente significativo, no sentido estatístico do termo, deve complementar-se a análise recorrendo a outro tipo de técnicas como o Planeamento ou Desenho de Experiências (Pereira e Requeijo, 2012).

4.1.5. Desenho de Experiências (DOE)

Um Desenho de Experiência também pode ser conhecido por Planejamento de Experiências, e é frequentemente denominado por DOE. A realização de um DOE é importante para a redução sistemática da variabilidade e consequente melhoria contínua de desempenho de produtos e processos. Com efeito, permite determinar quais são os fatores controláveis que afetam determinadas características da qualidade e quais os melhores níveis desses fatores de forma a aumentar a resistência do produto aos fatores ruído, satisfazendo, os requisitos das diversas partes interessadas no desempenho de uma organização.

No método mais antigo, e provavelmente mais conhecido de experimentação, os investigadores fazem variar os níveis de um determinado fator, mantendo os outros fatores constantes e medem a alteração provocada pela mudança do nível desse fator numa ou mais características do produto. No entanto este tipo de experimentação não é o melhor, podendo ser muito oneroso para uma empresa não só em termos de custos (resultado de produtos não conforme) como em termos de tempo, de modo que ao longo do século XX foram desenvolvidos novos métodos para aumentar consideravelmente a eficiência das experiências (de planejar, executar experiências e de analisar os resultados) baseados em conceitos estatísticos (*Pereira e Requeijo, 2012*).

Na década de 1920-30 Ronald A. Fisher começou a desenvolver toda uma teoria científica de experimentação com aplicação prática na área agrícola, lançando assim a semente para uma progressão de conhecimentos na teoria de DOE. Depois de Fisher, foram muitos os nomes que contribuíram para os desenvolvimentos do DOE, como F. Yates, C. Rao, J. Takey, M. Bartlett, entre outros. Uma outra personalidade que se ficou famosa em 1950, tornando-se num dos líderes mundiais da área foi George Box. Não menos importante é Douglas Montgomery, que tem contribuído com as suas obras para uma ampla difusão do DOE, e de outros métodos estatísticos usados no planeamento, no controlo e na melhoria contínua da Qualidade (*Pereira e Requeijo, 2012*).

4.1.5.1. Conceitos e Metodologia

Na terminologia do DOE há alguns termos e conceitos que importa desde já clarificar para uma melhor compreensão da matéria que se irá expor.

Entenda-se como experiência, um teste (ou ensaio) no qual são introduzidas alterações de certas variáveis no processo (ou fatores), de forma a poder observar e identificar as variações no *output* do mesmo e identificar as respetivas causas.

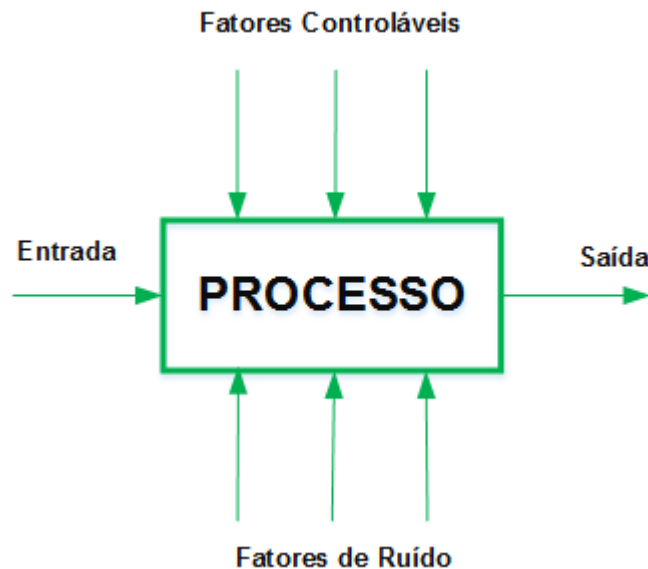


Figura 4. 4: Esquema de um processo.

- **Fator controlável:** é um parâmetro do processo que é passível de ser alterado de modo a determinar o seu efeito na ou nas características da qualidade a controlar;
- **Fator ruído:** consiste num fator que não é controlável, como: temperatura ambiente, humidade. Minimizar os seus efeitos é um dos princípios fundamentais do DOE.
- **Nível** de um fator: é o valor que o fator assume. Tanto pode ter carácter qualitativo (ex.: ter ou não ter catalisador) ou quantitativo (valor mensurável em kg, °C, h...)
- **Efeito** de um fator é a alteração média observada na resposta quando o fator muda de nível.
- **Resposta:** Característica da qualidade que os investigadores estão interessados em melhorar.

Dois outros conceitos fundamentais do DOE são: a **replicação** e a **aleatoriedade** das experiências.

A replicação é a repetição de uma experiência nas mesmas condições. Ao replicar-se a experiência obtêm-se duas vantagens para a análise do processo. É possível estimar o erro experimental, o qual permite verificar quais são as variáveis cujos efeitos são significativos, e caso a média experimental seja utilizada para determinar o efeito de um fator, obtém-se uma estimativa mais precisa quanto maior o número de replicações.

A aleatoriedade é obtida realizando as experiências sem seguir uma ordem definida, como a ordem padrão. Sem esta se verificar os resultados perdem validade e tornam-se inconclusivos uma vez que as observações e/ou erros devem ser variáveis aleatoriamente distribuídas.

Qualquer DOE requer um conjunto de procedimentos para que a sua aplicação conduza a resultados positivos. Assim, devem ser incluídos os seguintes pontos:

1. Reconhecimento e definição do problema: Apesar de ser um ponto óbvio nem sempre é fácil definir o objetivo das experiências. Recomenda-se que seja constituída uma equipa de investigação ligada ao processo, embora o DOE possa ser aplicado por uma só pessoa.
2. Análise de antecedentes relevantes como, por exemplo, dados recolhidos diariamente na linha de produção, experiências executadas anteriormente e a opinião dos especialistas/técnicos envolvidos no processo;
3. Seleção das respostas, ou seja, escolha das características da qualidade, bem como dos respetivos métodos de medição;
4. Seleção dos fatores controláveis a experimentar e dos seus níveis: ao avaliar os fatores associados ao processo, o investigador vai reconhecer fatores potencialmente interessantes para a experimentação e fatores de ruído. Os fatores a usar na experimentação devem produzir uma alteração considerável na resposta e devem ser possíveis de controlar. Por outro lado, existem também fatores que produzem alterações na resposta, mas que não têm interesse para a experiência. Ou seja, no âmbito da experimentação pode não ser possível variar o fator, deste modo considera-se uma situação fixa/ideal para o mesmo.
5. Análise prévia das possíveis interações entre fatores, entendendo-se que existe uma interação entre dois fatores quando o efeito de um fator na resposta depende do nível do outro fator.
6. Identificação dos fatores que permaneceram constantes no decurso da experiência e identificação das restrições à experimentação.
7. Definição do número de experiências a executar e em função disso planear a experimentação.
8. Definição do número de replicações.
9. Execução das experiências (ensaios) de forma aleatória.

Após a realização dos ensaios, deve utilizar-se a análise de variância para tratamento dos resultados obtidos. Esta permite determinar de forma objetiva quais os fatores e/ou interações que afetam significativamente a resposta.

Há três observações a fazer sobre a aplicação do DOE em contexto industrial. A primeira é que o DOE, para ser bem-sucedido, tem de respeitar os passos descritos anteriormente, particularmente no que se refere ao planeamento e execução das experiências.

Outra observação, é que os planeamentos e respetivas concretizações não têm de ser complexos para serem bem-sucedidos. Muitas vezes, desenhos simples, mas bem planeados e executados têm conduzido a conclusões extremamente valiosas e por vezes surpreendentes.

A última observação prende-se com o número de desenhos a utilizar. Muito raramente um só planeamento conduz logo a resultados positivos. A prática correta é proceder-se à experimentação de forma interativa e sequencial, em que os resultados de um conjunto de experiências podem servir para descartar alguns fatores, e/ou adicionar outros, ou ainda para alterar os níveis dos fatores. Portanto, o DOE deve ser encarado como um processo de aprendizagem contínua.

4.1.5.2. Desenho com Um Fator a Vários Níveis

A análise de variância (ANOVA) é uma técnica estatística que permite proceder à comparação entre parâmetros de duas ou mais populações. Esta análise possibilita a repartição da variabilidade total dos dados experimentais pelas diversas componentes causadoras da variabilidade, sendo assim possível determinar que componentes são estatisticamente significativas (*Pereira e Requeijo, 2012*).

Considere-se um fator com α níveis. Pretende-se estudar os efeitos desses níveis numa determinada característica da qualidade Y . Para o fazer, é necessário replicar as experiências n vezes de forma aleatória. Na tabela 4.2 está representado este tipo de planeamento, baseado no modelo de efeitos fixos (níveis escolhidos pelos investigadores, não sendo resultado de uma amostra aleatória).

Tabela 4. 2: Desenho com um fator a vários níveis.

Nível $i = 1, 2, \dots, a$	Valor das réplicas $j = 1, 2, \dots, n$	Soma Y_i	Média \bar{Y}_i
1	$y_{11}, y_{12}, \dots, y_{1n}$	Y_1	\bar{Y}_1
2	$y_{21}, y_{22}, \dots, y_{2n}$	Y_2	\bar{Y}_2
.	.	.	.
.	.	.	.
.	.	.	.
a	$y_{a1}, y_{a2}, \dots, y_{an}$	Y_a	\bar{Y}_a

Y_i representa o número total de observações para o nível i e é dado por:

$$Y_i = \sum_{j=1}^n y_{ij}$$

Sendo que a média das observações é obtida pela divisão de Y_i pelo número total de réplicas:

$$\bar{Y}_i = \frac{Y_i}{n} \quad i = 1, 2, \dots, a$$

A soma total de todas as observações ($N = a \times n$) e a correspondente média, são obtidas a partir de:

$$Y_{..} = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n y_{ij}$$

$$\bar{Y}_{..} = \frac{Y_{..}}{N} = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n y_{ij}}{a \times n}$$

O objetivo deste tipo de desenho é estimar os valores esperados correspondentes aos diversos níveis e proceder à sua comparação, de forma, a averiguar se os efeitos τ_i são significativamente diferentes de zero (*Pereira e Requeijo, 2012*).

$$H_0 = \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_a = 0$$

$$H_1 = \tau_i \neq 0 \quad (\text{pelo menos para um nível } i)$$

Como já referido anteriormente, a análise de variância pretende decompor a variabilidade total por todas as componentes que interferem no processo. A Variação Total dos dados experimentais é dada por:

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{Y}_{..})^2$$

Esta variação pode ser decomposta na variação entre níveis, SS_B (*Between Sum of Squares*):

$$SS_B = n \sum_{i=1}^a (Y_i - \bar{Y}_{..})^2$$

E em variação dentro dos níveis ou variação residual (*Within Sum of Squares*) dos níveis:

$$SS_W = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2$$

Resumidamente obtém-se:

$$SS_T = SS_{níveis} + SS_{erro}$$

Representado a equação anterior, mas em relação aos graus de liberdade:

$$N - 1 = (a - 1) + (N - a)$$

Através do quociente das respectivas somas dos quadrados pelos seus graus de liberdade obtêm-se as estimativas da variância para os níveis MS_B e para o erro MS_W :

$$MS_B = \frac{SS_B}{a - 1} = \sigma^2 + \left(\frac{n \sum_{i=1}^a \tau_i^2}{a - 1} \right)$$

$$MS_W = \frac{SS_W}{N - a} = \sigma^2$$

A estatística para testar a hipótese nula é dada pelo quociente entre os desvios quadráticos médios MS_B/MS_W , os quais seguem uma distribuição de Fisher com $(a-1)$ e $(N-1)$ graus de liberdade. Caso o valor de Fisher calculado seja superior ao valor crítico $F_{\alpha; (a-1); (N-a)}$ g.l., a hipótese nula é rejeitada, concluindo-se que existem diferenças significativas entre os níveis.

A análise de variância pode ser sintetizada como a apresentada na tabela 4.3:

Tabela 4. 3: Análise de Variância.

Fonte de Variação	SS	g.l.	MS	F ₀
Entre níveis	SS _B	a-1	SS _B /(a-1)	MS _B /MS _W
Erro	SS _W	N-a	SS _W /(N-a)	-
Total	SS _T	N-1	-	-

4.1.5.3. Verificação dos Pressupostos da Análise de Variância

Para o modelo ser estatisticamente válido é necessário que o mesmo cumpra com um conjunto de requisitos inerentes à análise de variância, sendo eles:

- O modelo deve ser descrito por: $Y_{ij} = \mu + \tau_{ij} + e_{ij}$;
- Os erros devem ser independentes e estar distribuídos segundo uma distribuição normal com média 0 e variância σ^2 .

O método mais utilizado para verificar estes pressupostos é a análise de resíduos. Entenda-se como resíduo a diferença entre o valor observado e o valor esperado (média das observações do nível).

A análise de resíduos deve incluir os seguintes aspetos:

1. Verificação da Normalidade;
2. Verificação da Independência (resíduos em função da ordem das experiências);
3. Verificação da Homogeneidade (resíduos em função dos valores previstos).

Esta análise de resíduos deve ser sempre efetuada para verificar a validade dos pressupostos feitos na análise de variância, sob pena de se retirarem conclusões erradas sobre os dados da experimentação se tal não for feito.

É necessário que todos os pressupostos da análise de variância se verifiquem, para se poder aplicar o DOE a um conjunto de dados. Caso os pressupostos não se verifiquem, deve proceder-se a uma transformação dos dados. Um dos métodos mais utilizados para essa transformação é o método de transformação de Box Cox (*Pereira e Requeijo, 2012*).

4.1.5.4. Desenho Fatorial Completo, 2^k

O fatorial mais simples é aquele em que cada fator é estudado só a dois níveis. A representação genérica deste tipo de desenho é 2^k , onde 2 é o número de níveis de cada fator e k designa o número de fatores a contemplar no desenho. Um fatorial completo com dois fatores, A e B, cada um com dois níveis, será assim um 2^2 que requer 4 experiências para estudar todas as combinações possíveis de níveis dos dois fatores (tabela 4.4).

Tabela 4. 4: Fatorial completo 2².

Fator A	Fator B	
	B ⁻	B ⁺
A ⁻	A ⁻ B ⁻	A ⁻ B ⁺
A ⁺	A ⁺ B ⁻	A ⁺ B ⁺

Os dois níveis dos fatores são designados por baixo e alto e representados na forma codificada por -1 e +1 ou, muito simplesmente por – e +.

O efeito médio de um fator é a alteração na resposta provocada por uma mudança de nível desse fator. É geralmente representado por uma letra maiúscula (A, B) ou por um conjunto de letras maiúsculas quando se consideram as interações (AB).

Considerando o fatorial 2², a matriz de planeamento para este tipo de fatorial será a representada na tabela 5. Na qual estão representados a ordem padrão das experiências e os seus respetivos níveis de operação para cada fator. Na primeira experiência ambos os fatores estão no nível – e, portanto, essa combinação é denotada por (1). De seguida introduz-se a letra minúscula correspondente a um dos fatores, o que significa que nessa experiência esse fator estará no nível + enquanto o outro estará no nível -. Segue-se a mesma lógica para as combinações seguintes.

Tabela 4. 5: Matriz de planeamento do fatorial 2².

Combinação (ordem padrão)	Fator/Interação			
	A	B	AB	Resposta
(1)	-	-	+	y ₁
a	+	-	-	y ₂
b	-	+	-	y ₃
ab	+	+	+	y ₄

A matriz de planeamento é ortogonal uma vez que:

- Em cada coluna o número de sinais + é igual ao número de sinais –;
- A soma dos produtos dos coeficientes (sinais) de quaisquer duas colunas é sempre igual a 0,
- O produto de quaisquer duas colunas resulta sempre noutra coluna da matriz.

Quando os fatores têm dois níveis é fácil de verificar que o contraste de cada fator é igual à soma algébrica dos valores da resposta afetados pelo sinal positivo ou negativo que identifica o nível do fator na respectiva experiência. Assim, tem-se:

$$\text{Contraste de A} = -y_1 + y_2 - y_3 + y_4$$

$$\text{Contraste de B} = -y_1 - y_2 + y_3 + y_4$$

$$\text{Contraste de AB} = +y_1 - y_2 - y_3 + y_4$$

- **Cálculo dos efeitos e das variações**

Utilizando a convenção de DOE clássico, o efeito de um determinado fator é a alteração observada na resposta quando esse fator passa do nível alto para o nível baixo. Considere-se que (1), a, b e ab também denotam as somas dos valores obtidos para as n réplicas em cada uma das combinações de níveis. Os chamados efeitos completos de A, B e da interação AB, para um fatorial 2² replicado, são dados por:

$$\text{Efeito de A} = \frac{1}{2n} [(ab - b) + (a - (1))]$$

$$= \frac{\text{Soma das respostas com A no nível (+)} - \text{Soma das respostas com A no nível (-)}}{2n}$$

$$= \frac{(\sum y)_{A+} - (\sum y)_{A-}}{2n}$$

Os efeitos dos outros fatores são calculados de forma análoga ao efeito de A mas com as somas correspondentes.

As variações dos fatores e da interação, para o fatorial 2² são calculadas da seguinte forma:

$$SS_A = \frac{[ab + a - b - (1)]^2}{4n} = \frac{((\sum y)_{A+} - (\sum y)_{A-})^2}{4n} = \frac{(\text{Contraste})^2}{4n}$$

$$SS_B = \frac{[ab + b - a - (1)]^2}{4n} = \frac{((\sum y)_{B+} - (\sum y)_{B-})^2}{4n} = \frac{(\text{Contraste})^2}{4n}$$

$$SS_{AB} = \frac{[ab + (1) - a - b]^2}{4n} = \frac{((\sum y)_{AB+} - (\sum y)_{AB-})^2}{4n} = \frac{(Contraste)^2}{4n}$$

A variação total, SST, é calculada por:

$$SS_T = \sum_1^2 \sum_1^2 \sum_1^n y_{ijk}^2 - \frac{(\sum_1^2 \sum_1^2 \sum_1^n y_{ijk}^2)^2}{4n}$$

a que correspondem (4n-1) graus de liberdade e a variação residual (Erro) é dada por:

$$SS_{Erro} = SS_T - SS_A - SS_B - SS_{AB}$$

A análise de variância é efetuada através do cálculo dos desvios quadráticos médios e da comparação de duas variâncias, como referido no ponto **4.1.5.2**.

Materiais e Métodos

Neste capítulo são apresentados os materiais e os métodos utilizados nos ensaios realizados na UI-Equipar, no período de Março a Agosto de 2016, com o intuito de estudar e caracterizar o efeito de má aglomeração em rolhas técnicas de cortiça.

Começou por se utilizar a ferramenta da qualidade AMFE para proceder à identificação das causas que resultam nos efeitos de má aglomeração observados na extrusão (bastão aberto e fugas).

Sendo a temperatura de extrusão um fator muito importante quimicamente para que ocorra uma boa aglomeração, foram verificadas as temperaturas das máquinas extrusoras, através de um aparelho de medição de temperatura, para se perceber se as mesmas estão corretas ou não.

Foram realizadas experiências em laboratório para simular uma mistura feita na extrusão, com o objetivo de perceber qual o melhor tempo de cozedura e qual a melhor temperatura para que a reação de polimerização da cola ocorra corretamente, segundo as condições de humidade especificadas pelo processo.

De forma a verificar se há diferenças significativas de aglomeração, através do Teste da Bomba Hidrostática, foram analisados dados históricos desde 2013, tendo sido feita uma ANOVA e um teste de comparação de médias de resultados em 2015.

Foi efetuado o Teste da Bomba Hidrostática para se caracterizar a desagregação dos corpos aglomerados de cortiça de ambos os lados das máquinas extrusoras da linha 3, da extrusão AGLO. Com os valores obtidos fez-se um teste estatístico para verificar se há diferenças de variância entre máquinas e outro para verificar se as médias são estatisticamente iguais ou não.

Para verificar se efetivamente o bastão aberto é um indicio crítico de má aglomeração, foram recolhidas duas amostras de rolhas para espumosos com a mesma dimensão: uma de produto conforme e outra de produto não conforme. Com essas amostras fez-se mais uma vez o Teste da Bomba, sendo depois realizados dois testes estatísticos para verificar se as variâncias e as médias eram estatisticamente diferentes.

A percentagem elevada de absorção é um problema real para o qual ainda não foi encontrada uma solução. Com o intuito de perceber qual a contribuição que a combinação das variáveis do processo presentes na reação de polimerização da cola (humidade superficial do granulado e temperatura) tinha na aglomeração dos corpos, realizou-se um Desenho de Experiências (DOE). Foram testadas condições extremas de humidade superficial e temperatura, condições essas que podem ser atingidas no processo de extrusão ao longo do ano.

Realizou-se um segundo DOE para os mesmos fatores, mas com níveis mais apertados. O objetivo é encontrar uma especificação (se possível) para a combinação das variáveis humidade superficial do granulado e temperatura de extrusão.

Foi enviada para a Amorim Cork Itália (AC/IT) uma amostra de rolhas de cada condição experimentada no primeiro DOE. O objetivo é observar se as rolhas desagregam, depois de engarrafadas e após tratamento de pasteurização. Devido a um impedimento logístico não se obtiveram resultados a tempo de apresentar na dissertação.

5.1. Escolha e Implementação da AMFE

Depois de serem analisadas as ferramentas da qualidade disponíveis para o estudo do efeito de má aglomeração, e sendo o método HAZOP mais indicado para a identificação dos perigos após se terem identificado as falhas de um processo e os efeitos que poderão advir, uma vez que estes ainda não se encontram identificados, decidiu-se então implementar a análise de modos de falha e efeitos (AMFE).

A AMFE foi utilizada com o objetivo de identificar as características mais críticas para a realização do Desenho de Experiências. De acordo com a metodologia geral do desenvolvimento de uma AMFE:

1. Começou-se por recolher informação acerca do processo de aglomeração e dos efeitos de má aglomeração que ocorrem no mesmo;
2. Foi criada uma equipa multidisciplinar constituída por um operador da extrusão AGLO, um técnico de manutenção, o chefe da fábrica AGLO, o engenheiro de processo e a diretora da qualidade;
3. A equipa reuniu, e através de *brainstorming*, identificou as causas que levam aos efeitos de má aglomeração (bastão aberto e fugas). Estes efeitos foram identificados aquando da recolha de informação;
4. Os resultados do *brainstorming* são apresentados em forma de diagramas de Ishikawa, e os resultados do NPR apresentados sob a forma de tabela, no capítulo da apresentação de resultados;
5. Elaborou-se um plano de experiências e realizaram-se dois Desenhos de Experiências.

5.2. Verificação das Temperaturas das Máquinas Extrusoras

Objetivo: perceber se as temperaturas das máquinas extrusoras estão ou não corretas, conforme o especificado.

Uma máquina extrusora é constituída por 2 lados (A e B), sendo que cada lado tem um forno. Nesse forno existem 3 furos para que se possa fazer a medição da temperatura (1 na ponta direita, 1 na ponta esquerda e 1 no meio).

Material:

- Termómetro *Fluke 50 Series II* com 2 sondas, T1 e T2, erro $\pm 5^\circ \text{C}$;
- Folhas de registo;
- Cronómetro.

Procedimento:

1. Coloca-se a sonda T1 na ponta direita do forno, e a sonda T2 ao meio. Aguardam-se 15 minutos para que as sondas estabilizem a temperatura e registam-se ambos os valores (figura 5.1).
2. De seguida repete-se o ponto 1, mas agora com a sonda T1 ao meio e sonda T2 na ponta esquerda.
3. Por fim regista-se o valor de set-point que se encontra no mostrador da máquina extrusora.

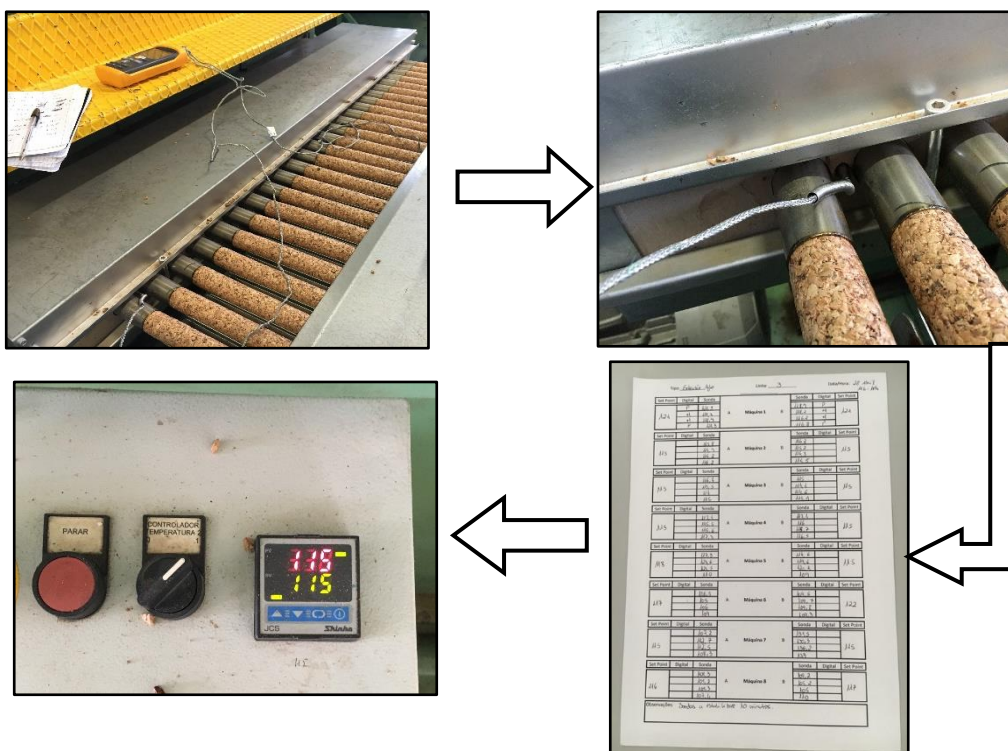


Figura 5. 1: Esquema representativo do procedimento do método utilizado.

5.3. Simulação da Reação de Polimerização da Cola em Laboratório

Objetivo: perceber qual o melhor tempo de cozedura e qual a melhor temperatura para que a reação de polimerização da cola com a humidade do granulado ocorra corretamente.

Condições de mistura:

Tabela 5. 1: Condição de mistura para simulação do processo de aglomeração.

		Temperatura (°C)		
Tempo (min)	5	105	115	125
	15	105	115	125

Material e Reagentes:

- Formas de alumínio;
- Pipeta graduada;
- Vareta de vidro;
- Balança analítica com resolução de 0,01 g (*METTLER TOLEDO New Classic MF ML 3002*);
- Estufa *PSelecta*.
- Cola (pré-polímero);
- Água filtrada.

Procedimento:

1. Com o auxílio de uma pipeta graduada, pesar 20g de cola para uma das formas de alumínio;
2. Pesar 1,8g de água filtrada (o equivalente a 9% de humidade);
3. Adicionar a água à forma de alumínio que contem a cola, agitando sempre.
4. Colocar a forma na estufa, a 105°C durante 5 min (1ª condição de mistura);
5. Repetir os pontos acima para as outras condições de mistura;

5.4. Teste da Bomba Hidrostática

Objetivo: analisar a qualidade dos corpos aglomerados de cortiça e assim verificar a sua estabilidade e capacidade de absorção, após um período de submersão em água, sob pressão.

Material e Reagentes:

- Tabuleiros
- Redes
- Papel de Filtro
- Bomba Hidrostática
- Estufa a 105 °C (*PSelecta*)
- Exsicador
- Balança analítica com resolução de 0,001 g (KERN 77Ω)
- Ar comprimido

Procedimento:

Este ensaio foi feito de acordo com a especificação indicada pelo cliente CCLF (CIDRERIES DU CALVADOS – LA FERMIÉRE).

1. Numerar os corpos, colocar dentro de redes e imergir na Bomba Hidrostática, a uma pressão de 6 bar, durante 24 horas.
2. Tirar os corpos da Bomba, colocar num tabuleiro, com papel de filtro previamente colocado em baixo, e colocar papel de filtro também por cima. Deixar a secar durante 1 hora. Esta prática serve para que a água residual que envolve o corpo aglomerado seja absorvida pelos filtros.
3. Pesar os corpos, registar o valor (como m_1) e colocar na estufa a 105°C durante 36 horas.
4. Retirar os corpos da estufa e colocar no exsicador durante 2 horas.
5. Pesar novamente os corpos, registar o valor de massa (m_2) e calcular a % de absorção através da seguinte expressão:

$$\% \text{ Absorção} = \frac{(m_1 - m_2)}{m_2} \times 100$$

Equação 5.1: Cálculo da percentagem de absorção (Teste da Bomba Hidrostática).



Figura 5. 2: Bomba Hidrostática e Exsicador.

Os corpos são classificados em três categorias em função dos resultados:

- **BOM** se % Absorção <30%
- **MÉDIO** se 30% <% Absorção <36%
- **MAU** se % Absorção ≥ 36%

5.5. Caracterização da Linha 3 da Extrusão AGLO

Objetivo: perceber se há diferenças significativas de aglomeração, através do Teste da Bomba Hidrostática, para todas as máquinas da linha 3 da extrusão AGLO.

5.5.1. Teste de Hipóteses para comparação de duas variâncias (Teste F)

Suponhamos que queremos comparar as variâncias σ_1^2 e σ_2^2 de duas populações Normais independentes, pretendendo testar-se a hipótese de estas não serem significativamente diferentes. Retiram-se duas amostras de dimensão n_1 e n_2 e calculam-se as variâncias amostras S_1^2 e S_2^2 . As hipóteses a testar são:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

A estatística de teste é definida por:

$$F_0 = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Se o teste é bilateral, devemos determinar os pontos críticos $F_{\frac{\alpha}{2}}$ e $F_{(1-\frac{\alpha}{2})}$ da distribuição F com $(n_1 - 1)$ graus de liberdade no numerador e $(n_2 - 1)$ graus de liberdade no denominador usando a tabela da distribuição Fisher.

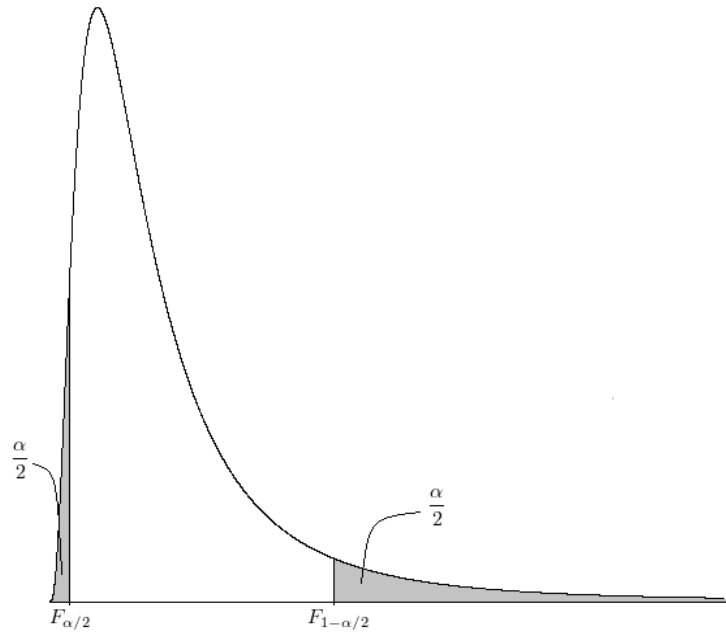


Figura 5. 3: Região Crítica - Teste bilateral.

A hipótese nula é rejeitada se $F_0 < F_{\frac{\alpha}{2};(n_1-1)(n_2-1)}$ ou se $F_0 > F_{(1-\frac{\alpha}{2});(n_1-1)(n_2-1)}$.

Se o teste é unilateral à direita, determinamos o ponto F_{α} . Rejeitamos a hipótese nula se $F_0 > F_{\alpha}$.

Se o teste é unilateral à esquerda, determinamos o ponto $F_{1-\alpha}$. Rejeitamos a hipótese nula se $F_0 < F_{1-\alpha}$. Caso contrário, não rejeitamos H_0 .

Salienta-se que este teste deve ser sempre efetuado antes de se conduzir o teste de comparação de duas médias em que as variâncias são desconhecidas.

5.5.2. Teste de Hipóteses para comparação de duas médias (Teste t)

Consideremos que as variâncias das populações são iguais, porém, desconhecidas, ou seja, $\sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \sigma^2$. Então, para testar a igualdade das médias, vamos considerar a estatística de teste:

$$t_0 = \frac{(\bar{X} - \bar{Y}) - (\mu_1 - \mu_2)}{S_p \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

que tem distribuição t de Student com $(n_1 + n_2 - 2)$ graus de liberdade. Aqui, S_p é o desvio padrão agrupado que é dado por:

$$S_p = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Onde, s_1^2 é variância da amostra proveniente da população 1 e s_2^2 é a variância da amostra proveniente da população 2.

Para realizar o teste para igualdade de duas médias com variâncias iguais, porém desconhecidas, devemos realizar os seguintes passos:

- Estabelecer a hipótese: $H_0: \mu_1 = \mu_2$
 $H_1: \mu_1 \neq \mu_2$
- Fixar o nível de significância, neste caso $\alpha = 5\%$ e determinar a região crítica.

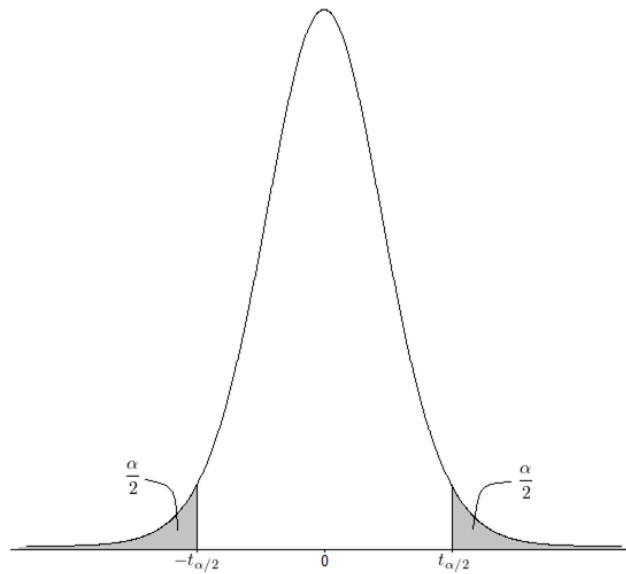


Figura 5. 4: Região Crítica - Teste bilateral.

A hipótese nula é rejeitada quando $|t_0| > t_{\frac{\alpha}{2};(n_1+n_2-2)}$.

5.6. Teste de Tukey

Objetivo: verificar se há diferenças significativas de aglomeração entre os meses do ano 2015, através dos resultados do Teste da Bomba Hidrostática.

O teste de Tukey é aplicado quando o teste de Fisher para a ANOVA (análise de variância) for significativo. É um dos testes mais utilizado para a comparação de médias por ser bastante rigoroso e de fácil aplicação e é um teste exato em que a taxa de erro é exatamente α (e o intervalo de confiança é exatamente $1-\alpha$).

O teste de Tukey tem como base a DMS (diferença mínima significativa). Para dados balanceados é calculado da seguinte forma:

$$DMS = q_{\alpha}(g, N - g) \sqrt{\frac{QMErro}{n}}$$

Em que n é o número de réplicas do nível, q_{α} é um valor tabelado (Tabela do Teste de Tukey) e QMErro é o quadrado médio do erro.

Rejeita-se a igualdade da média de dois níveis (i e j) se:

$$|\bar{y}_i - \bar{y}_j| > DMS$$

Um intervalo de confiança de 100 (1- α) % para a diferença entre todos os pares de médias é dado por:

$$\bar{y}_i - \bar{y}_j \pm q_{\alpha}(g, N - g) \sqrt{\frac{QMErro}{n}}$$

Conclusão: as médias que contenham zero no intervalo de confiança ou as médias que contenham a mesma letra, na mesma coluna, não apresentam diferenças significativas, ao nível de significância de 5%, pelo teste de Tukey.

5.7. Planeamento de Experiências (DOE)

5.7.1. DOE 1

Objetivo: perceber qual a contribuição que a combinação das variáveis do processo presentes na reação de polimerização da cola (humidade superficial do granulado e temperatura) tinha na aglomeração dos corpos, através da percentagem de absorção obtida no Teste da Bomba Hidrostática.

Numa primeira fase do DOE foram escolhidos os fatores e os seus níveis (ver tabela 5.2). Esta escolha baseou-se no estudo da reação de polimerização da cola com o granulado, em dados históricos recolhidos nas linhas de extrusão e em experiências realizadas anteriormente. Com o aval dos engenheiros da empresa foram então definidos os níveis de operação para as experiências:

Tabela 5. 2: Fatores e níveis a utilizar no DOE.

Fatores	Níveis	
	+	-
Temperatura (°C)	135	105
Humidade (%)	12-13	4-5

Foram escolhidas apenas duas variáveis, de entre todas as que o processo de extrusão envolve. Assim, apresentam-se na tabela 5.3 as que permaneceram constantes no decurso da experimentação.

Tabela 5. 3: Variáveis constantes no DOE.

Tipo de granulado	RCT
Tempo a misturar a cola	1 Minuto
Tempo a misturar o latex	1 Minuto
Tempo a misturar a parafina	3 Minutos
Idade da mistura	5 Minutos
Linha de extrusão	3
Máquina a utilizar	3.2
Velocidade da máquina	20 Segundos
Dimensão do bastão	φ33

De seguida definiu-se o modelo de planeamento a adotar. Existe uma vasta gama de desenhos de experiências sendo o Planeamento Fatorial Completo com 2 fatores a 2 níveis o escolhido, uma vez que avalia o efeito de todas as combinações possíveis das variáveis e dos respetivos níveis.

O número de experiências a efetuar é definido por 2^k , sendo, k igual ao número de fatores a experimentar. Assim, foram realizadas 4 experiências, com uma réplica, 2 fatores a 2 níveis cada uma, perfazendo um total de 8 experiências a realizar (contando com a réplica).

$$2^k = 2^2 = 4 \text{ experiências}$$

Equação 5.2: Nº de experiências obtidas.

Pela tabela 5.4 tem-se a matriz planeamento retirada do *software STATISTICA* para as 8 experiências. O objetivo é a partir desta matriz atribuir a cada um dos fatores uma letra. Considerou-se assim as letras H e T, para representar os fatores Humidade e Temperatura, respetivamente.

Tabela 5. 4: Matriz planejamento.

Ordem Padrão	H	T	HT	Resposta (Y)
(1)	-	-	+	Y1
a	+	-	-	Y2
b	-	+	-	Y3
ab	+	+	+	Y4

As experiências foram realizadas de forma aleatória de modo a garantir que as respostas obtidas são independentes. Usando de novo o *software STATISTICA* obtém-se a matriz aleatória, apresentada na tabela abaixo, sendo as experiências efetuadas por esta mesma ordem.

Tabela 5. 5: Matriz aleatória.

Ordem	Condições	T (°C)	H (%)
4	T alta e H alta	135	12-13
3	T alta e H baixa	135	4-5
1	T baixa e H baixa	105	4-5
2	T baixa e H alta	105	12-13

Para que os resultados obtidos sejam fidedignos ficou estabelecido que para cada experiência seriam realizadas três misturas, a primeira para estabilizar a máquina, a segunda e terceira as que contribuem com os valores da resposta. Assim sendo foram feitas manualmente 12 misturas.

Material e Reagentes:

- Misturadora Manual (*Telemecanique*)
- Sacas de ráfia
- Jarros de plástico
- Luvas
- Cronómetro
- Medidor de temperatura ambiente e humidade do ar
- Balança Industrial (OMEGA)
- Balança analítica com resolução de 0,01 g (METTLER TOLEDO New Classic MF ML 3002)
- Aqua-Boy (KPM)
- Balança de humidade com resolução de 0,001 g (METTLER TOLEDO – MJ 33 Moisture Analyser)
- Medcork – sistema automático de medição de rolhas de cortiça (SAR-2011-01)
- Cola (pré-polímero)
- Latex - PARATEX

- Parafina – ERMOIL MO5
- Água
- Granulado

Plano de Testes e Amostragem:

Foi elaborado um plano de testes com as horas da realização de cada experiência, e a respetiva amostragem. O planeamento encontra-se na tabela 5.6:

Tabela 5. 6: Plano de testes e amostragem de corpos para os ensaios a realizar.

Ordem	Condição	Hora da mistura	MV,H,m,L,D	Permeabilidade	Bomba	ABS	C/I
4	T alta e H alta	8:45	-	-	-	-	-
4	T alta e H alta	9:30	20	12	20	10	13
4	T alta e H alta	10:15	20	12	20	10	13
3	T alta e H baixa	13:15	-	-	-	-	-
3	T alta e H baixa	14:00	20	12	20	10	13
3	T alta e H baixa	14:45	20	12	20	10	13
1	T baixa e H baixa	15:30	-	-	-	-	-
1	T baixa e H baixa	16:15	20	12	20	10	13
1	T baixa e H baixa	17:00	20	12	20	10	13
2	T baixa e H alta	11:00	-	-	-	-	-
2	T baixa e H alta	11:45	20	12	20	10	13
2	T baixa e H alta	12:30	20	12	20	10	13

Procedimento:

As experiências foram executadas pela ordem aleatória, mas em blocos, ou seja, as condições que utilizam a mesma temperatura (fator T) foram agrupadas. Uma vez que a alteração da temperatura da máquina extrusora leva algum tempo até estabilizar para além de se poupar tempo na realização das experiências, apenas se utiliza a máquina durante um dia, podendo no final esta ser limpa e utilizada para produção.

Foram criados relatórios no Controlab (sistema informático de gestão e análise de amostras para o laboratório) para cada uma das experiências pretendidas, quer para a segunda mistura quer para a terceira.

Fez-se a recolha das sacas de granulado RCT no ROSA, com a ajuda de um colaborador sendo estas posteriormente pesadas na balança OMEGA. Seis das sacas (para a condição de humidade baixa) foram retiradas à entrada da extrusão e deixadas na estufa da AGLO a baixar a humidade para 4-5%, sendo as restantes recolhidas no dia das experiências à saída do secador, por forma a conseguir uma humidade de 12-13%;

Antes de serem feitas as misturas foi medida a Massa Volúmica e a Humidade do granulado a ser utilizado em casa experiência.

As misturas foram realizadas de acordo com o processo produtivo que está em vigor na fábrica:

1. Introduce-se o granulado na misturadora (figura 5.5) e agita-se durante 30 segundos;
2. Com o Aqua-Boy mede-se a humidade superficial do granulado para verificar se este se encontra nas condições pretendidas.
3. De seguida é adicionada a cola, e agita-se durante 1 minuto.
4. Adiciona-se depois o Latex, e agita-se novamente durante 1 minuto.
5. Por último junta-se a parafina, e agita-se durante 3 minutos.
6. Depois de concluída, recolhe-se a mistura para dentro da saca de ráfia e alimenta-se a extrusora (máquina 3.2 da linha 3). A mistura foi colocada na extrusora estando esta vazia.
7. A extrusora é alimentada com a primeira mistura, e depois de praticamente gasta coloca-se a segunda mistura. Após mais ou menos vinte minutos recolhem-se os corpos.
8. A temperatura da extrusora é ajustada consoante a experiência pretendida.
9. Dos corpos recolhidos 12 são logo usados no ensaio de permeabilidade e 20 no MedCork (sistema automático de medição de rolhas).
10. Os restantes corpos necessários para os outros ensaios serão posteriormente retificados.
11. Procede-se da mesma forma para as restantes experiências.



Figura 5. 5: Misturadora Manual e Aqua-Boy.

No ensaio de permeabilidade, os 12 corpos são colocados num equipamento específico que injeta ar a 5 bar de pressão, durante 5 minutos. Através de um tubo observa-se a existência de fugas (figura 5.6).



Figura 5. 6: Equipamento utilizado para o ensaio de permeabilidade.

No MedCork introduzem-se os corpos nos tubos do carrossel e este executa as medições das dimensões, massa e humidade automaticamente. Através do Controlab seleciona-se o relatório correspondente a cada experiência para que os dados das medições efetuadas pelo MedCork fiquem lá registados (figura 5.7).



Figura 5. 7: MedCork.

O Teste da Bomba Hidrostática foi feito de acordo com o procedimento apresentado no ponto **5.4**. A % de absorção (resposta) para cada mistura é dada pela média dos resultados individuais obtidos e expresso em percentagem, arredondado às unidades.

O ensaio de Absorção foi feito 24h depois dos corpos terem sido extrudidos para possibilitar a estabilização dos mesmos, com o seguinte procedimento:

1. Numeram-se os corpos e pesam-se individualmente, registando o valor do peso de cada um.
2. Colocam-se os corpos num frasco e imergem-se em água filtrada, colocando por cima algumas rolhas a fazer de travão de forma a assegurar a imersão total dos mesmos.
3. De seguida coloca-se o frasco na estufa a $50 \pm 5^\circ\text{C}$, durante 72 horas.
4. Após este período, retiram-se os corpos da estufa e colocam-se sobre papel de filtro. Coloca-se também papel de filtro por cima e aguarda-se 30 min até que se voltem a pesar.
5. Calculou-se a percentagem de absorção de cada corpo, de acordo com a equação referida em 5.3.

5.7.2. DOE 2

Realizou-se um segundo DOE de forma análoga ao primeiro. Considerou-se a adição de um ponto central, mas como no dia-a-dia têm-se piores resultados nos extremos, e bons resultados no ponto intermédio, para além de demorar mais tempo a realizar as experiências, esta adição não se justifica. Assim este DOE terá os mesmos fatores (H e T) mas com níveis mais baixos.

Objetivo: encontrar um limite de especificação para a combinação dos valores de humidade superficial do granulado e temperatura a utilizar no processo de extrusão, através da % absorção dada pelo teste da Bomba Hidrostática.

Foram escolhidos os novos níveis para os fatores Temperatura e Humidade, sendo estes apresentados na tabela 5.7:

Tabela 5. 7: Fatores e níveis a experimentar no DOE 2.

Fatores	Níveis	
	+	-
Temperatura ($^\circ\text{C}$)	130	110
Humidade (%)	11-12	6-7

As variáveis que permanecem constantes neste DOE são as mesmas que no primeiro, mudando apenas a máquina extrusora a ser utilizada, para a 3.8. Esta mudança deve-se ao facto de a linha 3 se encontrar em produção, sendo esta a máquina que se pode utilizar de maneira a não perturbar o cumprimento do plano de produção.

A partir do *software* STATISTICA obtém-se a matriz aleatória, apresentada na tabela 5.8, sendo as experiências efetuadas por esta mesma ordem.

Tabela 5. 8: Matriz aleatória.

Ordem	Condições	T (°C)	H (%)
4	T alta e H alta	130	11-12
2	T baixa e H alta	110	11-12
3	T alta e H baixa	130	6-7
1	T baixa e H baixa	110	6-7

Desta vez ficou estabelecido que para cada experiência seriam realizadas quatro misturas, as duas primeiras para estabilizar a máquina, sendo a terceira e quarta as que contribuem com os valores de resposta. Assim sendo foram feitas manualmente 16 misturas.

Os Materiais e Reagentes, assim como o Procedimento utilizado foram iguais ao descrito no DOE 1.

Plano de testes e Amostragem:

À semelhança do DOE 1, foi feito um plano de testes que se encontra na tabela 5.9:

Tabela 5. 9: Plano de testes e amostragem do DOE 2.

Ordem	Condição	Dia	Hora da mistura	MV,H,m, L,D	Permeabilidade	Bomba	ABS
4	T alta e H alta	13	9:30	-	-	-	-
4	T alta e H alta	13	10:15	-	-	-	-
4	T alta e H alta	13	11:00	20	12	20	10
4	T alta e H alta	13	11:45	20	12	20	10
2	T baixa e H alta	13	12:30	-	-	-	-
2	T baixa e H alta	13	13:15	-	-	-	-
2	T baixa e H alta	13	14:00	20	12	20	10
2	T baixa e H alta	13	14:45	20	12	20	10
3	T alta e H baixa	14	9:30	-	-	-	-
3	T alta e H baixa	14	10:15	-	-	-	-
3	T alta e H baixa	14	11:00	20	12	20	10
3	T alta e H baixa	14	11:45	20	12	20	10
1	T baixa e H baixa	14	12:30	-	-	-	-
1	T baixa e H baixa	14	13:15	-	-	-	-
1	T baixa e H baixa	14	14:00	20	12	20	10
1	T baixa e H baixa	14	14:45	20	12	20	10

Apresentação e Discussão de Resultados

6.1. Análise dos Modos de Falha e Efeitos (AMFE)

Com base nas etapas de implementação da AMFE apresentam-se de seguida as causas que resultam nos efeitos de bastão aberto e fugas, relativamente aos seis ramos em análise nos Diagramas de Ishikawa (figuras 6.1 e 6.2). Verifica-se que para ambos os efeitos as causas que lhe dão origem são comuns.

Apresenta-se ainda como resumo a tabela 6.1, onde se podem observar os valores do índice de gravidade (G), índice de ocorrência (O), índice de detenção (D) e o cálculo do número de prioridade de risco (NPR) para cada um dos efeitos em análise.

Cada índice foi classificado de acordo com tabelas que se encontram na literatura (ver anexo A). Quanto menor for o NPR melhor, uma vez que o risco é menor. O efeito com um NPR maior, terá prioridade para ser estudado. No caso da extrusão AGLO o efeito de bastão aberto é aquele que apresenta um menor risco porque é mais detetável. O efeito de fugas apresenta uma maior prioridade para ser corrigido porque tem um NPR mais crítico uma que não há nada que o detete à frente.

Pontuou-se de 1 a 10 todas as causas do efeito de fugas (ver figura 6.2) para perceber quais são os fatores controláveis que influenciam diretamente a má aglomeração. As seguintes foram classificadas como potencialmente influentes:

1. Temperatura de extrusão;
2. Humidade do granulado;
3. Quantidade de parafina;
4. Idade da mistura;

Na sequência da aplicação da AMFE decidiu-se realizar um Desenho de Experiências (DOE).



Figura 6. 1: Diagrama de Ishikawa – Bastão Aberto.

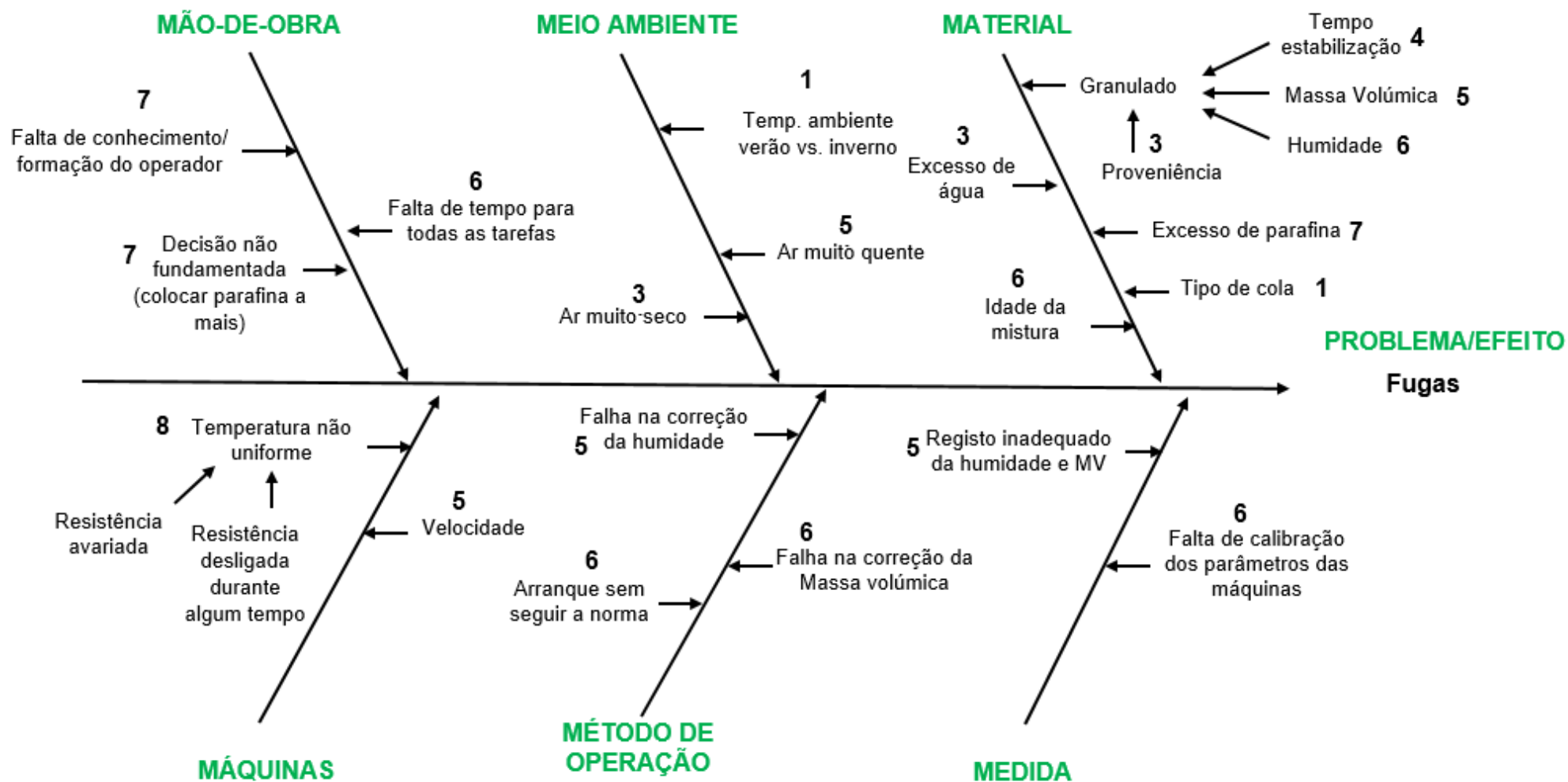


Figura 6. 2: Diagrama de Ishikawa – Fugas.

Tabela 6. 1: Resumo da AMFE.

Objeto da Análise:	Extrusão AGLO		Data: 25/03 e 08/04				
Executado por:	Equipa AMFE						
Modo de Falha:	Má aglomeração						
Ramo (6M's)	Componente	Causa da Falha	Efeito da Falha	G	O	D	NPR
Material	Granulado	Pouco tempo de estabilização	• Bastão aberto	3	6	3	54
		Massa Volúmica alta/baixa					
		Humidade alta/baixa					
		Proveniência (origem)					
	Mistura	Excesso ou falta de parafina					
		Excesso ou falta de água					
		Tempo de envelhecimento					
Meio Ambiente	Temperatura	Verão vs. Inverno					
	Humidade	Ar muito quente/muito seco					
Mão-de-obra	Operador	Falta de conhecimento/formação					
		Falta de tempo para as tarefas					
Máquinas	Misturadoras	Acumulação de sujidade					
	Extrusoras	Oscilação temperatura dos fornos					
		Oscilação de velocidade					
		Resistências avariadas					
		Resistências desligam e ligam					
Método de operação	Operador	Falha na correção da humidade	• Fugas	8	6	8	384
		Falha na correção da MV					
		Arranque sem seguir a norma					
		Não mexer as caixas					
		Caixas sem mistura					
Medida	Operador	Registo inadequado da Humidade					
		Registo inadequado da MV					
		Registo inadequado da %fugas					
		Falta de calibração das máquinas					

6.2. Verificação das Temperaturas das Máquinas Extrusoras

Após verificação das temperaturas das máquinas extrusoras das linhas 3 e 4 da extrusão AGLO (linhas onde se fazem corpos RCT para espumosos), tendo em consideração os valores de *set-point* e sabendo que as sondas têm um erro de $\pm 5^{\circ}\text{C}$, verificou-se que há alguma variabilidade de temperaturas, com pontos fora de controlo estatístico.

Sendo a temperatura o catalisador da reação de polimerização da cola com o granulado, e não estando as máquinas controladas, é possível que em conjugação com outras variáveis importantes para a reação, como é o caso da humidade do granulado, esta seja um dos fatores que contribuem para o efeito de má aglomeração. Importa ainda referir que após esta verificação, as máquinas extrusoras que não se encontravam nas condições requeridas, já foram corrigidas.

6.3. Simulação da Reação de Polimerização da Cola em Laboratório

Na figura 6.3 é possível observar os resultados das misturas realizadas para as condições referidas no capítulo anterior.



Figura 6. 3: Resultados da simulação do processo de aglomeração em laboratório.

As conclusões retiradas deste ensaio resultam de inspeção visual da reação de polimerização da cola com a água. Um pré-polímero de poliuretano reage completamente quando há formação de espuma, isto é, quanto maior for a quantidade de “bolhas” que se formam, em maior extensão se dá a reação.

Foram então testadas três temperaturas: a temperatura do processo de extrusão, uma temperatura 10°C abaixo desta, e outra 10°C acima. De entre as três temperaturas é notória a diferença da quantidade de pré-polímero que reagiu. A reação deu-se em maior extensão à temperatura de 115°C, temperatura requerida pelo processo de aglomeração. Sendo que entre 105°C e 125°C é preferível que se use uma temperatura mais baixa pois há maior formação de espuma, enquanto que a uma temperatura mais alta quase não há formação de espuma e a quantidade que polimerizou é muito pequena.

Relativamente aos tempos de cozedura, o tempo de 15 minutos deveria ser o requerido pelo processo, sendo que neste momento se encontra apenas com 8 minutos. Por essa razão foi testado o tempo que deveria ser o utilizado, e um tempo abaixo do que se está a utilizar.

Para a temperatura de 115°C o tempo de 15 minutos é aquele que evidencia a melhor reação, comparativamente aos 5 minutos. A 105°C também o tempo de 15 minutos é melhor, já a 125°C é o tempo de 5 minutos o que mostra maior formação de espuma.

Assim, conclui-se que tanto a temperatura como o tempo de cozedura estão intimamente relacionados. Para uma temperatura mais baixa, quanto maior o tempo de cozedura melhor será a reação de polimerização. Em oposição, uma temperatura mais alta já acelera a reação e por isso quanto menos tempo permanecer em cozedura melhor.

Sabendo que a cola reage com a humidade do granulado, sendo a temperatura o catalisador da reação, ou seja, é a temperatura que acelera a polimerização da cola e fazendo assim a ponte para o processo de extrusão, uma temperatura mais elevada requer um tempo de cozedura mais baixo, mas o suficiente para que o bastão não saia mal aglomerado (a abrir). Por sua vez uma temperatura mais baixa precisa de maior tempo de cozedura para garantir que o bastão sai bem aglomerado, mas não queimado.

Para a temperatura a que o processo opera (115°C) é importante ter um tempo de cozedura entre os 5 e os 15 minutos, sendo o mais perto possível do maior valor, de acordo com os resultados obtidos nesta experiência. Estando a operar com 8 minutos, o processo encontra-se dentro do intervalo.

6.4. Análise de Dados Históricos

Na tentativa de perceber se existem diferenças significativas nos resultados do Teste da Bomba Hidrostática, de ano para ano e entre meses do ano, fez-se uma análise de dados históricos entre 2012 e 2015.

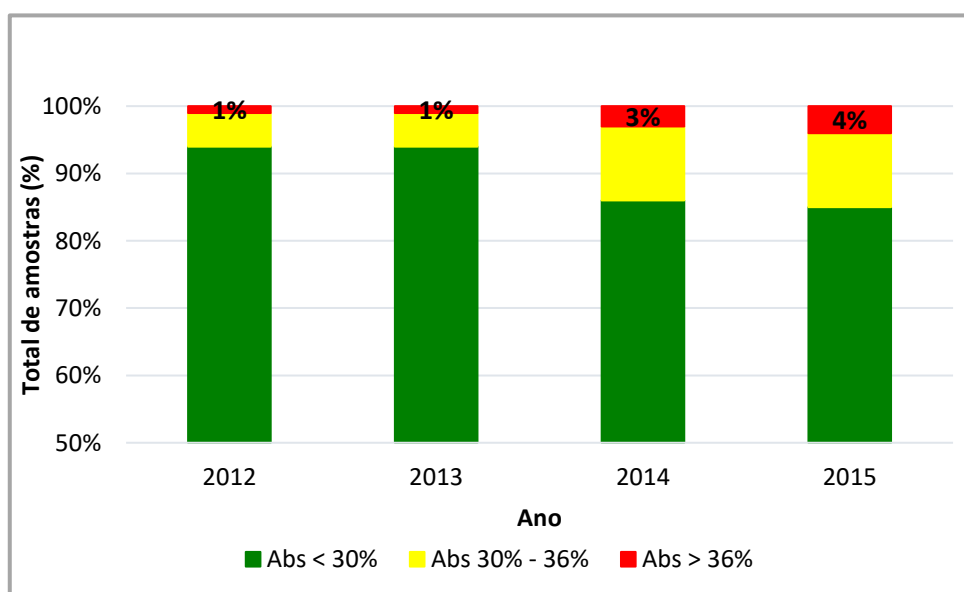


Figura 6. 4: Resultados percentuais para o Teste da Bomba, entre 2013 e 2015. Fonte: Engenharia de Processo.

É possível concluir que a percentagem de absorções acima de 36% tem vindo a aumentar desde 2013. Ter corpos com percentagens de absorção muito altas constitui um problema para a UI-Equipar, uma vez que terá consequências na performance da rolha e na sua qualidade enquanto vedante.

Como 2015 é até à data o ano com a maior percentagem de absorções acima de 36%, analisou-se este ano em particular para as linhas que fazem corpos RCT para espumosos, tendo-se obtido os gráficos seguintes:

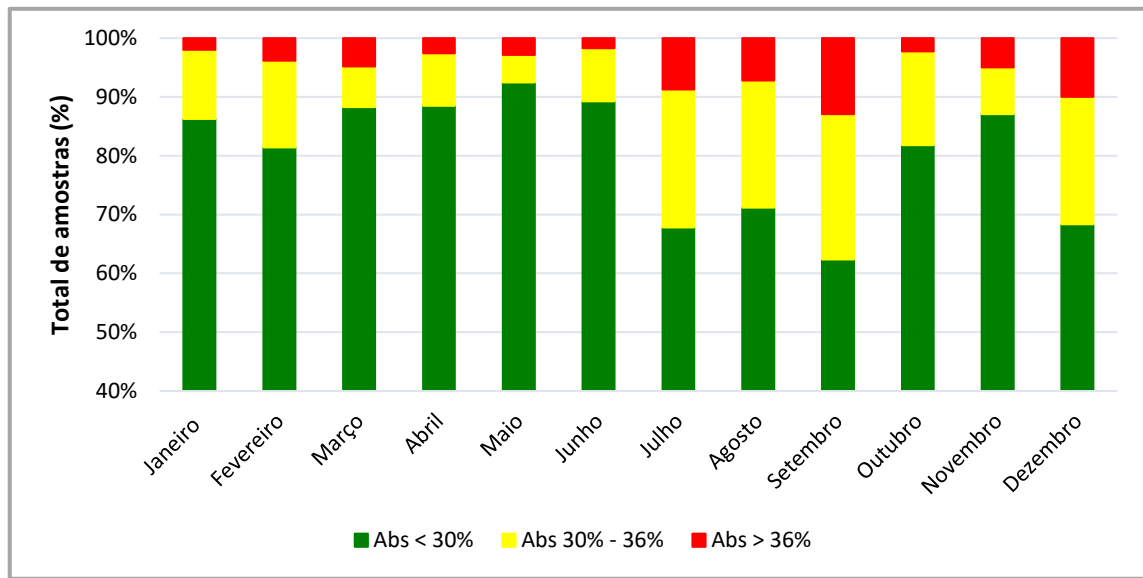


Figura 6. 5: Resultados percentuais do Teste da Bomba para a linha 3 no ano de 2015. Fonte: Engenharia de Processo.

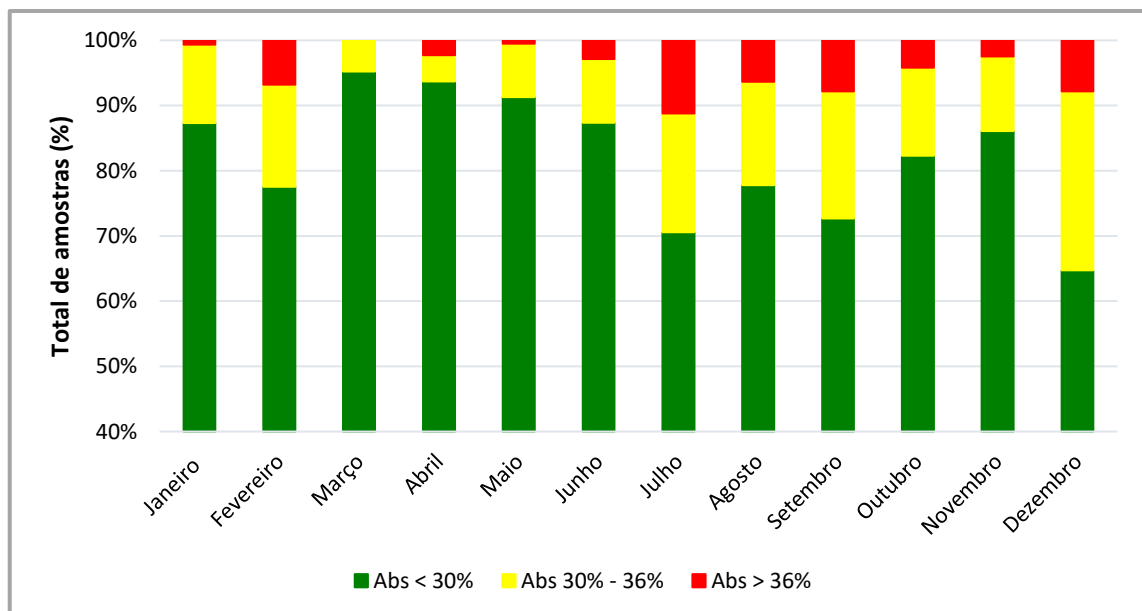


Figura 6. 6: Resultados percentuais do Teste da Bomba para a linha 4 no ano de 2015. Fonte: Engenharia de Processo.

Em ambas as linhas (3 e 4) da extrusão AGLO analisadas destacam-se os meses de Julho, Agosto e Setembro (meses de verão) com percentagens mais elevadas de absorção acima de 36%, e entre 30 e 36%. Dezembro também parece ser um mês semelhante aos meses de verão, mas como o número de corpos analisados é reduzido, não se pode afirmar à priori que o comportamento é o mesmo. Em Agosto também o número de corpos analisados é reduzido comparativamente a Julho e Setembro. Assim os meses mais problemáticos serão Julho e Setembro. Entre linhas é definitivamente a linha 3 que apresenta os piores valores, pois em todos os meses há absorções na zona do vermelho. Assim, fez-se uma ANOVA (com recurso à ferramenta de análise de dados do *Excel*) para verificar se as variâncias dos meses de 2015 são iguais.

Tabela 6. 2: ANOVA para os meses de 2015.

Fonte de variação	SS	g.l.	MS	F	valor P	F crítico
Entre grupos	72578,29	1	72578,29	15551,61	0	3,842
Dentro de grupos	45922,60	9840	4,67			
Total	118500,9	9841				

Para um nível de significância de 5%, tem-se um $F_{5\%;1;9840 \text{ g.l.}}=3,842$. Como $F_0 > F_{\text{crítico}}$, rejeita-se a hipótese nula, concluindo-se, portanto, que há diferenças significativas nas variâncias dos meses de 2015, no que diz respeito ao efeito na percentagem de absorção do Teste da Bomba.

De seguida realizou-se o Teste de Tukey. Este teste é aplicado quando o resultado da ANOVA é significativo. O objetivo é comparar as médias duas a duas, entre os meses do ano de 2015 e verificar se estes são estatisticamente diferentes ou não. Desta vez utilizou-se o suplemento *Action Stat* do *Excel*, para a realização do teste. A tabela 6.3 apresenta os resultados principais do teste. As restantes tabelas de apoio à elaboração do teste, encontram-se no anexo B.

Tabela 6. 3: Resultados do Teste de Tukey.

Mês	Médias	Grupos
7	0,27762	a
12	0,27697	ab
9	0,27680	ab
8	0,26946	ab
2	0,26052	bc
10	0,25320	bcd
11	0,24953	cd
1	0,24895	cd
6	0,24039	de
3	0,24009	de
5	0,23601	e
4	0,23349	e

Os meses que contenham a mesma letra, na mesma coluna, não apresentam diferenças significativas, ao nível de significância de 5%, pelo teste de Tukey.

Conclusão: as médias dos meses de Julho, Agosto, Setembro e Dezembro não apresentam diferenças significativas entre si. O mesmo se verifica para Fevereiro e Outubro e assim sucessivamente. Não há nenhum mês cuja média seja diferente dos outros meses, ou seja, há sempre meses com absorções iguais entre si.

6.5. Caraterização da Linha 3 da Extrusão AGLO

Era importante caraterizar a desagregação dos corpos de ambos os lados de cada máquina extrusora da linha 3, na extrusão AGLO. Para isso foi efetuado o Teste da Bomba Hidrostática a uma amostra de 160 corpos, 10 corpos retirados de cada lado de cada máquina da linha 3. Os resultados encontram-se no gráfico da figura 6.7:

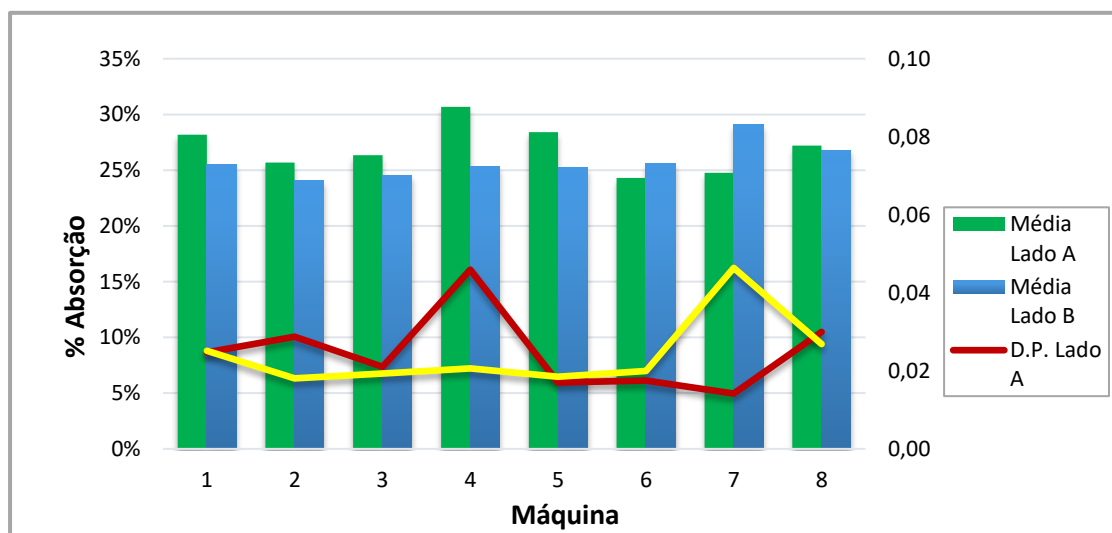


Figura 6. 7: Caraterização da linha 3.

Das medições efetuadas no Teste da Bomba para as amostras da linha 3, conclui-se que para o Lado A todas as máquinas se encontram com valores de absorção abaixo dos 30%, à exceção da máquina 4 que tem uma média de 31% (figura 6.7). Estes valores de absorção são considerados bons de acordo com a especificação do cliente CCLF. Em relação ao Lado B a média das medições encontra-se abaixo dos 30% em todas as máquinas, sendo este o Lado que apresenta um desvio padrão menor entre as máquinas.

Para verificar se as variâncias e as médias de absorções em ambos os Lados (A e B) são significativamente diferentes ou não, fizeram-se dois testes estatísticos (Teste de F e Teste t) com o auxílio da ferramenta de análise de dados do *Microsoft Office Excel*.

Começando pelo Teste F, definem-se as hipóteses:

$$H_0: \sigma_A^2 = \sigma_B^2$$

$$H_1: \sigma_A^2 > \sigma_B^2 \quad (\text{Teste unilateral à direita})$$

Obtendo-se como resultados os valores apresentados na tabela 6.4 e na figura 6.8.

Tabela 6. 4: Teste F – duas amostras para variâncias.

	Lado A	Lado B
Média	0,26947	0,25762
Variância	0,00104	0,00082
Observações	80	80
gl	79	79
F	1,26614	
F crítico uni-caudal	1,45115	

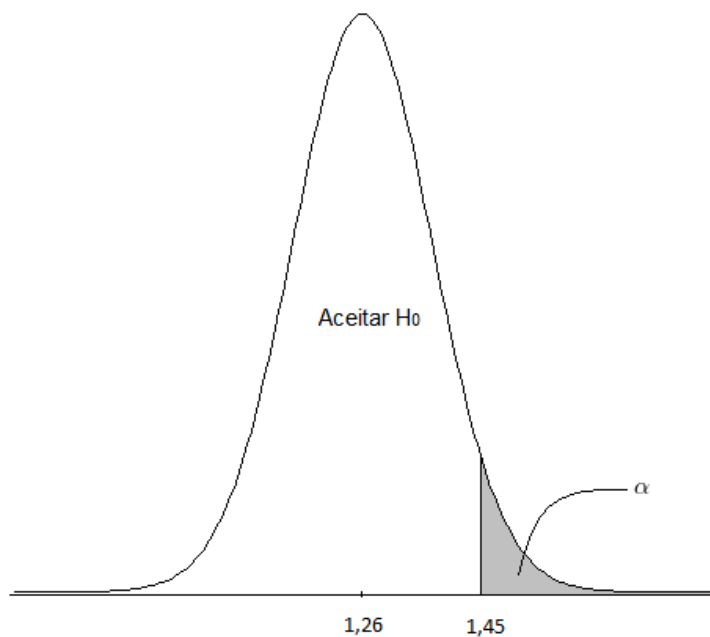


Figura 6. 8: Região crítica – Teste unilateral à direita.

Sendo $F_0 = 1,26 < F_\alpha = 1,45$, não se rejeita a hipótese nula, para um nível de significância de 5%, concluindo-se assim que a variância do Lado B é igual à variância do Lado A.

De seguida efetuou-se o teste de diferença de médias (teste t), tendo-se estabelecido as hipóteses:

$$H_0: \mu_A = \mu_B$$

$$H_1: \mu_A \neq \mu_B \text{ (Teste bilateral)}$$

Recorrendo, mais uma vez, à ferramenta de análise de dados do *Microsoft Office Excel*, obteve-se a tabela 6.5:

Tabela 6. 5: Teste t – duas amostras com variâncias iguais.

	Lado A	Lado B
Média	0,26947	0,25762
Variância	0,00104	0,00082
Observações	80	80
Variância agrupada	0,00093	
Hipótese de diferença de média	0	
gl	158	
t_0	2,45243	
t crítico uni-caudal	1,65455	
t crítico bi-caudal	1,97509	

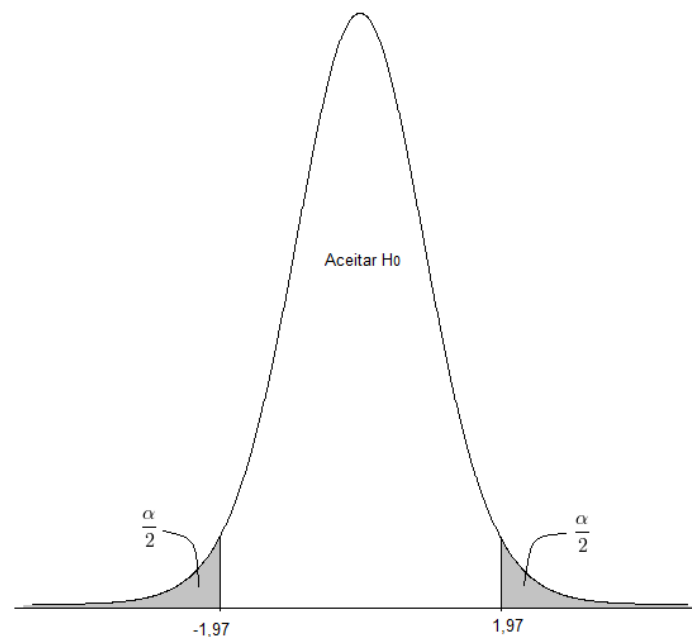


Figura 6. 9: Teste t – duas amostras com variâncias iguais.

Como $|t_0| > t_{crítico}$ ($2,45 > 1,97$) rejeita-se a hipótese nula, concluindo-se que realmente as médias das absorções do Lado A e do Labo B são significativamente diferentes, para um nível de significância de 5%.

Resumindo, a variância dos valores do Teste da Bomba para ambos os lados (A e B) da linha 3 da extrusão AGLO é estatisticamente igual, no entanto as médias destes valores são significativamente diferentes, o que permite afirmar que existem diferenças significativas entre os lados das máquinas. Esta diferença pode ser associada ao facto de algumas das máquinas terem diferenças nas temperaturas, como se observou nos resultados do ponto 6.2.

6.6. Escolha Eletrónica: Produto Conforme e Produto Não Conforme

Para verificar se efetivamente o bastão aberto é um indicio crítico de má aglomeração, recolheram-se duas amostras de rolhas para espumosos com a mesma dimensão: uma de produto conforme e outra de produto não conforme, na Escolha Eletrónica (etapa do processo produtivo onde são escolhidos os defeitos da rolha). Efetuou-se o Teste da Bomba, obtendo-se os valores abaixo apresentados:

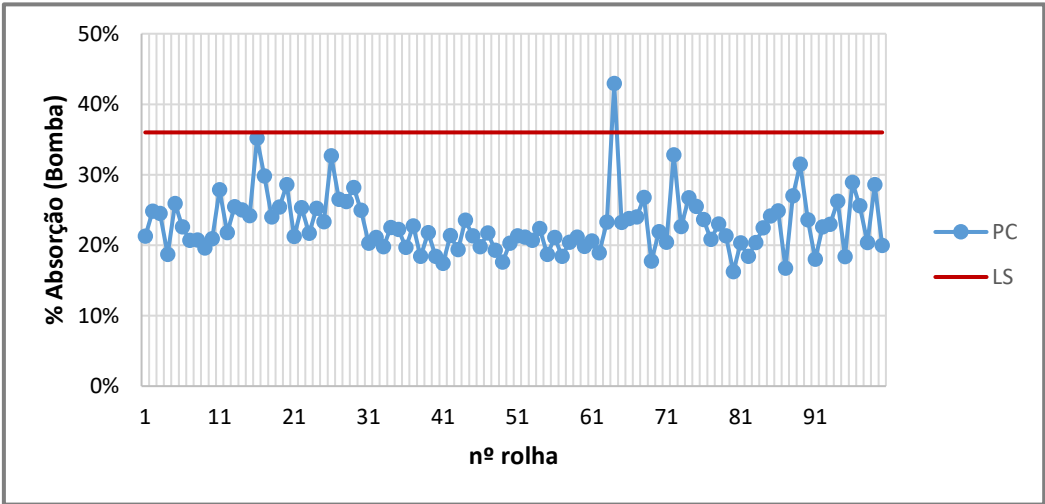


Figura 6. 11: Produto conforme escolha AGLO.

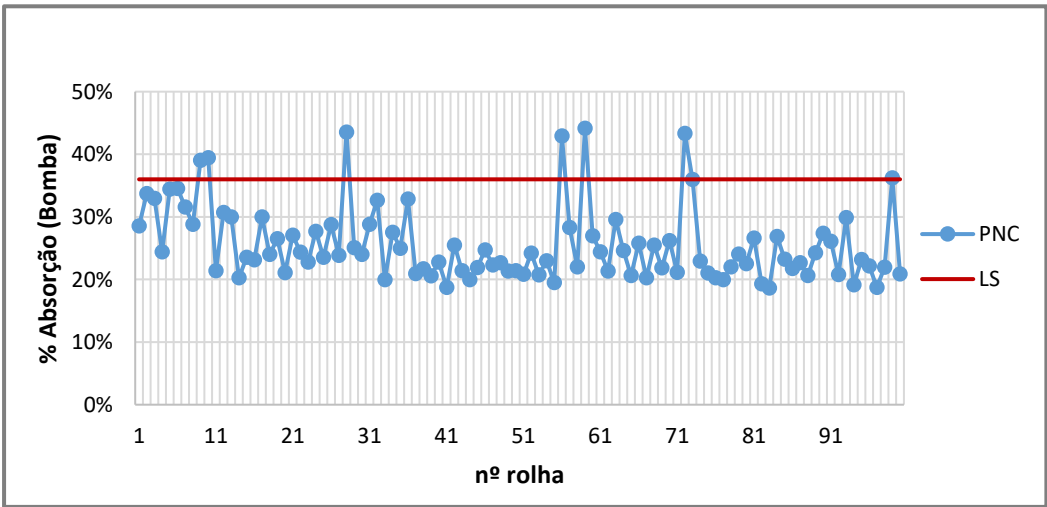


Figura 6. 10: Produto não conforme escolha AGLO.

Pela observação da figura 6.10 é possível verificar que entre os 100 valores de absorção da amostra de produto conforme, 1% encontra-se acima do limite superior requerido ($\geq 36\%$), 5% está entre 30-35% e os restantes valores abaixo dos 30%, de acordo com a especificação do cliente CCLF para o Teste da Bomba. Em relação ao produto não conforme tem-se 8% dos valores acima do limite superior e 12% entre 30-35%. As tabelas de auxílio à construção dos gráficos apresentados encontram-se no anexo C.

À semelhança do que foi feito na caracterização da linha 3, efetuaram-se os testes estatísticos para comparação das variâncias e das médias das amostras.

Para o Teste F, definem-se as hipóteses:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 < \sigma_2^2 \quad (\text{Teste unilateral à esquerda})$$

Os resultados apresentam-se na tabela 6.6 e na figura 6.12.

Tabela 6. 6: Teste F – duas amostras para variâncias.

	PC	PNC
Média	0,22920	0,25584
Variância	0,00173	0,00349
Observações	100	100
gl	99	99
F ₀	0,49478	
F crítico uni-caudal	0,71733	

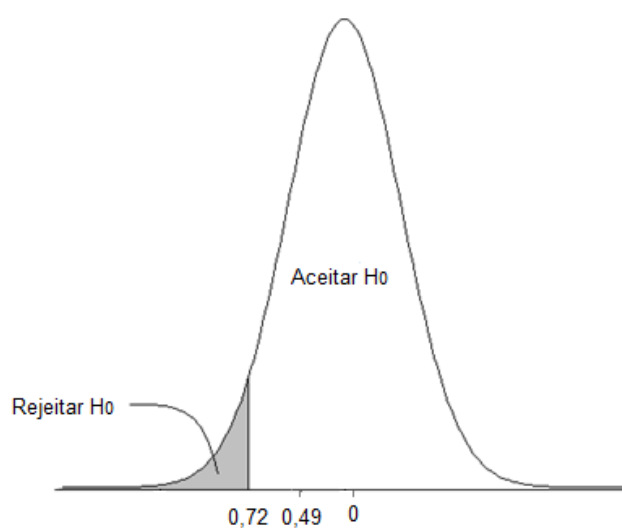


Figura 6. 12: Região crítica – Teste unilateral à esquerda.

Sendo $F_0 = 0,49 < F_\alpha = 0,72$, não se rejeita a hipótese nula, para um nível de significância de 5%, concluindo-se assim que a variância do Produto Conforme é igual à variância do Produto Não Conforme.

Passando para a realização do teste de diferença de médias (teste t), estabeleceram-se as hipóteses:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2$$

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 \text{ (Teste bilateral)}$$

Os resultados obtidos foram:

Tabela 6. 7: Teste t – duas amostras com variâncias iguais.

	PC	PNC
Média	0,22920	0,25584
Variância	0,00173	0,00349
Observações	100	100
Variância agrupada	0,00261	
Hipótese de diferença de média	0	
gl	198	
t_0	-3,68780	
t crítico uni-caudal	1,65259	
t crítico bi-caudal	1,97202	

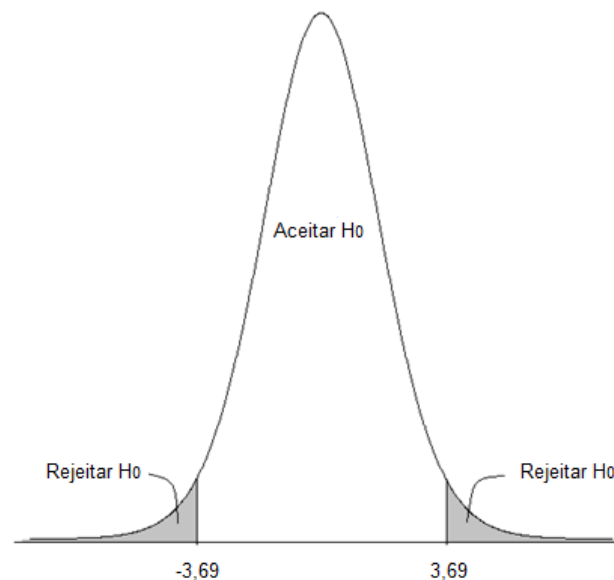


Figura 6. 13: Região crítica – Teste bilateral.

Como $|t_0| > t_{crítico}$ ($3,69 > 1,97$) rejeita-se a hipótese nula, concluindo-se que as médias das absorções dos dois produtos (conforme e não conforme) para um nível de significância de 5%, são estatisticamente diferentes.

Após a realização dos testes estatísticos podemos afirmar que o produto não conforme é um crítico, mesmo após reprocessamento. Apesar da média e do desvio padrão dos valores do Teste da Bomba para o produto não conforme serem superiores aos do produto conforme, podem existir valores de absorção acima do limite superior requerido no produto conforme, como verificado na figura 6.13. Pode assim afirmar-se que estatisticamente existem diferenças significativas entre o produto conforme e o não conforme.

6.7. Desenho de Experiências (DOE)

6.7.1. DOE 1

Este DOE caracteriza-se por ter apenas dois fatores: humidade superficial do granulado (H) e temperatura de extrusão (T). A variável de resposta é a percentagem de absorção dada pelo Teste da Bomba Hidrostática. Trata-se, portanto, de um fatorial completo 2^2 . Os níveis de operação para cada fator foram definidos de forma a produzir diferenças significativas na variável de resposta, mas de forma a não comprometer a produção da fábrica.

Todas as análises referentes ao DOE foram feitas através do *software* STATISTICA, um software específico para análise de métodos estatísticos.

Os resultados obtidos para cada experiência bem como os valores de resposta das respetivas réplicas encontram-se na tabela 6.8, apresentados segundo a ordem padrão do fatorial 2^2 . Mais uma vez é de referir que as respostas para cada experiência resultam da média de 20 valores da percentagem de absorção para corpos da mesma experiência.

Tabela 6. 8: Resultados DOE 1.

Ordem Padrão	H	T	HT	Y1	Y2
(1)	-	-	+	26	25
a	+	-	-	30	26
b	-	+	-	27	27
ab	+	+	+	56	54

6.7.1.1. Verificação dos pressupostos da análise de variância

De modo a poder avançar com a análise de variância foi necessário verificar se os pressupostos da mesma se verificavam, para não inviabilizar os resultados.

1. Verificação da Normalidade

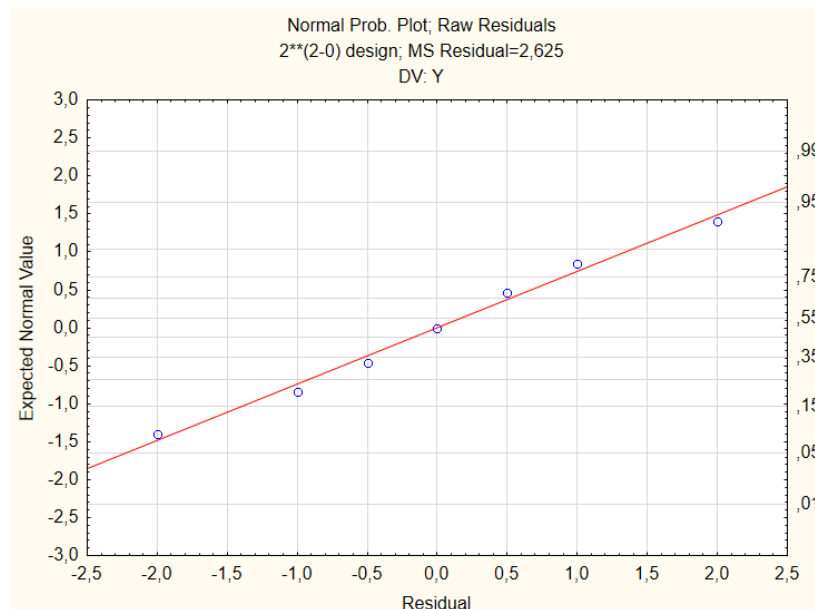


Figura 6. 14: Pressuposto da Normalidade.

Como observado no gráfico os resíduos (pontos azuis) dispõem-se ordenadamente em torno da reta vermelha. Com isto conclui-se que o pressuposto da normalidade é verificado.

2. Verificação da Independência

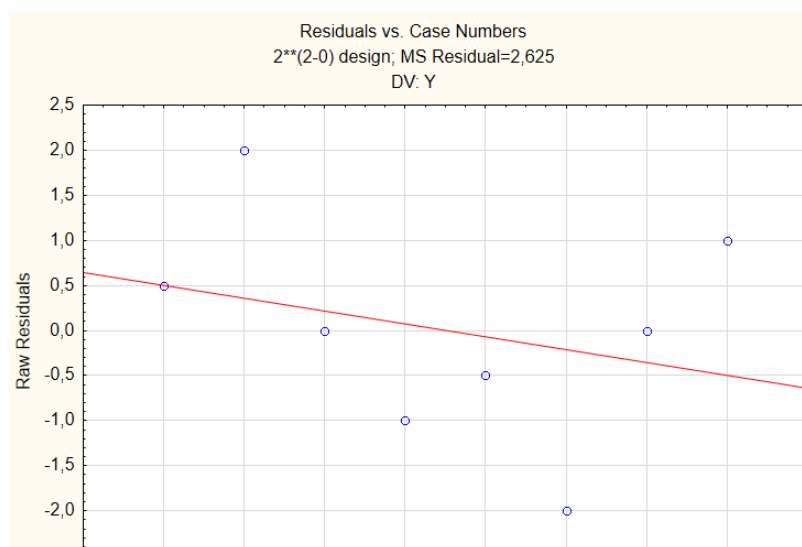


Figura 6. 15: Resíduos em função da ordem das experiências.

Conclui-se também que o pressuposto da independência é válido pois os pontos encontram-se dispostos aleatoriamente em torno da reta vermelha (figura 6.15).

3. Verificação da Homogeneidade

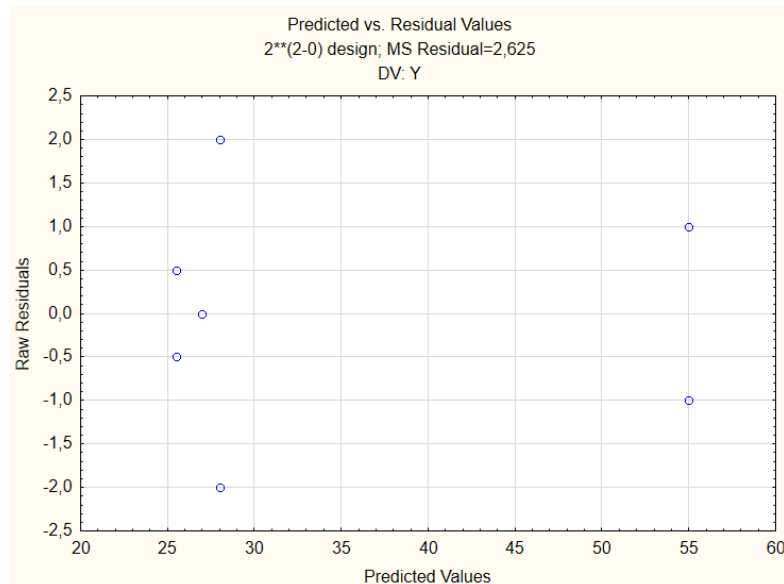


Figura 6. 16: Resíduos em função dos valores previstos.

O último pressuposto diz que os pontos se deveriam dispor aleatoriamente, não mostrando nenhum padrão. Analisando o gráfico da figura 6.16 verifica-se a aleatoriedade dos pontos, embora estes se disponham numa gama reduzida de valores. Fazendo a média dos resíduos obtém-se o valor zero. Conclui-se então que este pressuposto também é verificado.

4. Transformação Box-Cox

Utiliza-se agora o comando Box-Cox para verificar se é necessário proceder à transformação dos dados ou não. Caso seja necessária essa transformação, este comando permite determinar o parâmetro de transformação mais adequado de forma a assegurar a homogeneidade da variância e a normalidade dos dados.

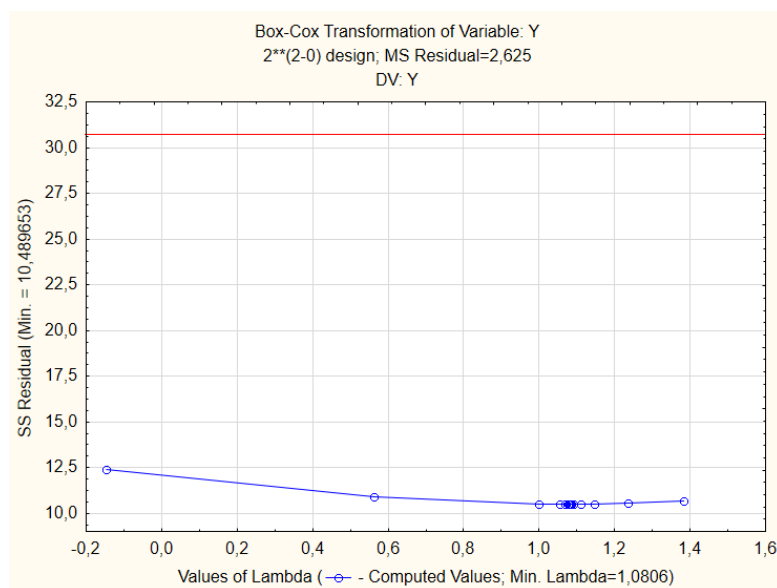


Figura 6. 17: Transformação Box-Cox.

Através da figura 6.17 verificamos que para o valor de $\lambda=1$, o ponto da curva se encontra dentro do intervalo de confiança, ou seja, este valor ainda se encontra abaixo da linha de 95% (linha vermelha), não sendo assim necessário proceder à transformação dos dados.

6.7.1.2. Análise dos efeitos significativos e verificação dos melhores níveis de cada fator

Depois de verificados os pressupostos da análise de variância, procede-se à determinação dos efeitos significativos (representados a vermelho) e dos melhores níveis de cada fator, para um nível de significância de 5%. Constrói-se assim a tabela ANOVA (tabela 6.9):

Tabela 6. 9: ANOVA dada pelo software STATISTICA.

Factor	SS	df	MS	F	p
(1)H	465,125	1	465,1250	177,1905	0,000184
(2)T	406,125	1	406,1250	154,7143	0,000240
1 by 2	325,125	1	325,1250	123,8571	0,000371
Error	10,500	4	2,6250		
Total SS	1206,875	7			

É possível concluir pela ANOVA que todos os efeitos apresentados são significativos, neste caso, os fatores H, T e a interação HT. Como todos os valores de F presentes na tabela são superiores ao $F_{\text{crítico}} = 7,709$, confirma-se que estes são efetivamente os efeitos significativos.

Passou-se de seguida à determinação dos melhores níveis para os fatores significativos, analisando os gráficos correspondentes à variação das respostas dos fatores.

Importa referir que a característica da qualidade que se pretende minimizar é a percentagem de absorção dos corpos. Assim a escolha dos melhores níveis foi feita mediante o valor mais próximo de 20% de absorção.

Começou-se então pela análise das interações de um fator e depois de dois fatores.

- Fator H (humidade superficial do granulado)

Tabela 6. 10: Valores dos níveis para o fator H.

H	Means	Pooled Std.Dev.	Overall Std.Dev.	N	Std.Err. for Mean	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
4	26,25000	0,500000	0,95743	4	0,810093	24,00082	28,49918
12	41,50000	2,236068	15,69501	4	0,810093	39,25082	43,74918

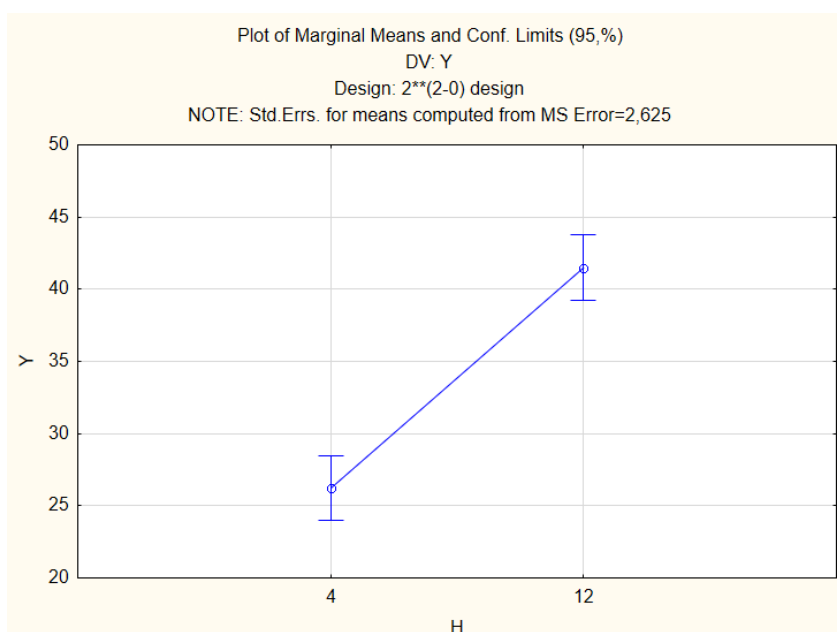


Figura 6. 18: Resposta para a variação dos níveis do fator H.

Analisando a tabela 6.10 e a figura 6.18 acima apresentadas conclui-se que o melhor nível para o fator H é o baixo (H-), uma vez que se obtêm absorções mais baixas para humidade do granulado mais baixa.

- Fator T (temperatura de extrusão)

Tabela 6. 11: Valores dos níveis para o fator T.

T	Means	Pooled Std.Dev.	Overall Std.Dev.	N	Std.Err. for Mean	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
105	26,75000	2,061553	2,21736	4	0,810093	24,50082	28,99918
135	41,00000	1,000000	16,18641	4	0,810093	38,75082	43,24918

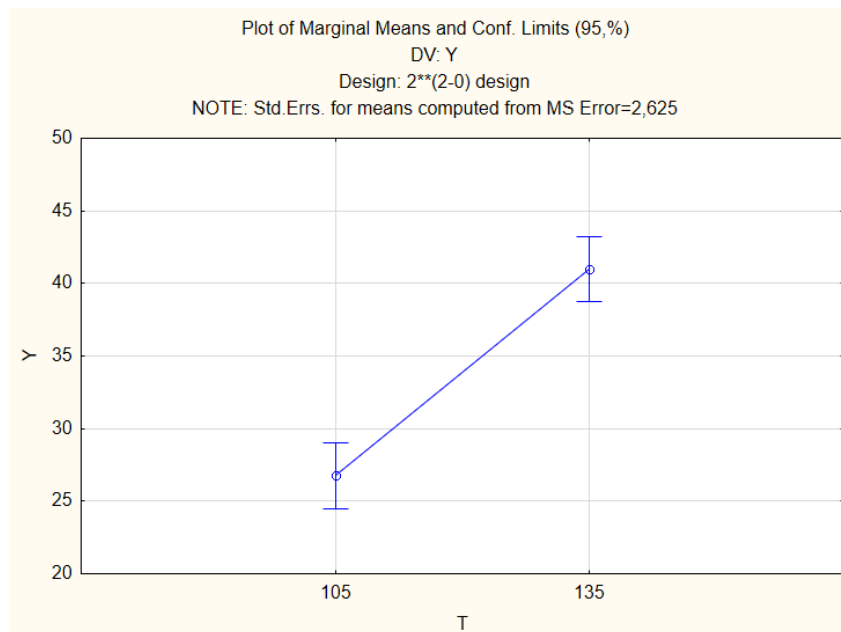


Figura 6. 19: Resposta para a variação dos níveis do fator T.

Pela análise da figura 6.19, conclui-se que o melhor nível referente ao fator T é o baixo (T-), isto é, obtêm-se absorções mais baixas quando a temperatura de extrusão é menor (neste caso 105°C).

Fez-se de seguida o mesmo tipo de análise para a interação significativa (HT), mas desta vez com a observação da superfície de resposta. Estas superfícies indicam qual a região do gráfico correspondente à interação mais significativa, ou seja, que terá o valor mais próximo do alvo.

Tabela 6. 12: Valores dos níveis para a interação HT.

H	T	Means	Pooled Std.Dev.	Overall Std.Dev.	N	Std.Err. for Mean	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
4	105	25,50000	0,707107	0,707107	2	1,145644	22,31918	28,68082
4	135	27,00000	0,000000	0,000000	2	1,145644	23,81918	30,18082
12	105	28,00000	2,828427	2,828427	2	1,145644	24,81918	31,18082
12	135	55,00000	1,414214	1,414214	2	1,145644	51,81918	58,18082

Neste caso, verifica-se pela tabela 6.12 que o melhor nível para ambos os fatores da interação (H e T) é o nível baixo uma vez que diminuem a resposta, isto é, melhoram a percentagem de absorção.

Analisando a figura 6.20 (superfície de resposta) pode concluir-se que quando qualquer um dos fatores (H ou T) está no nível baixo, o nível do outro fator é muito importante. Por sua vez quando um deles está no nível alto, o outro fator é irrelevante, ou seja, a interação só é significativa quando pelo menos um dos fatores se encontra no nível baixo.

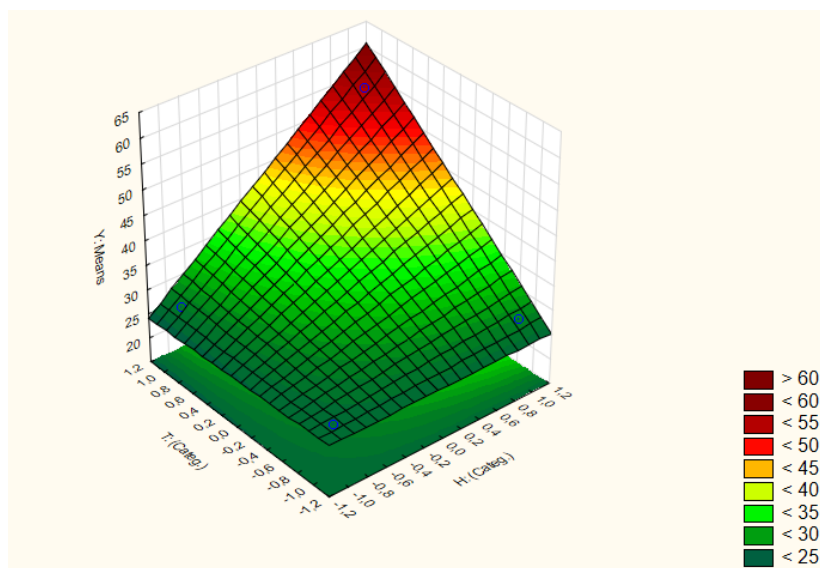


Figura 6. 20: Superfície de resposta para a interação HT.

Durante e após a execução das experiências, foram feitos alguns ensaios, para além do Teste da Bomba, como por exemplo: crescimento do bastão (produção), massa volúmica, permeabilidade, entre outros. De modo a perceber se existe alguma correlação entre a produção e a massa volúmica do corpo, e entre a produção e os valores do Teste da Bomba, foi construído o seguinte gráfico (tabela de auxílio no Anexo D):

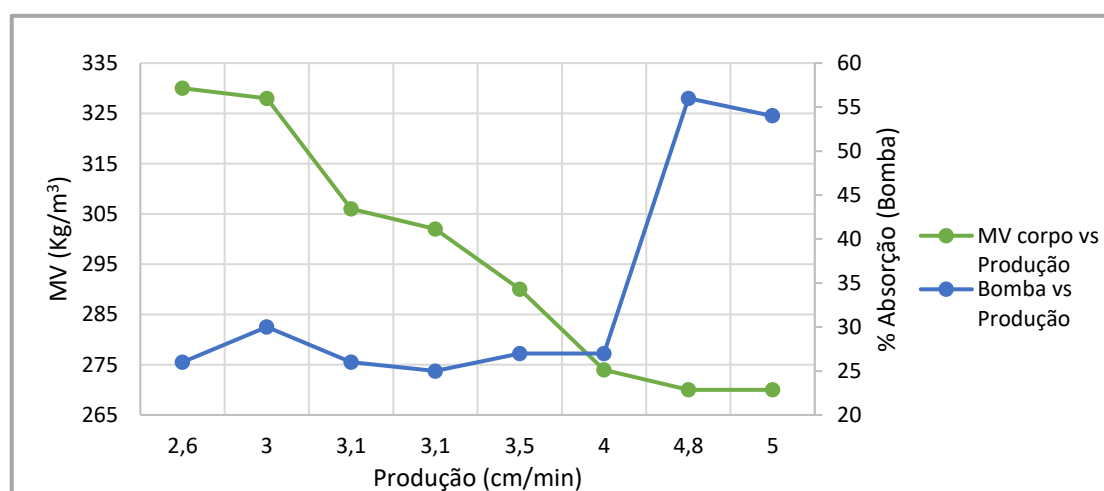


Figura 6. 21: MV vs. Produção e % Absorção (Bomba) vs. Produção.

Pode afirmar-se que há medida que a produção aumenta, a massa volúmica do corpo diminui. Isto é verídico pois quanto mais rápido o bastão cresce, menor a quantidade de granulado que é aglomerada, dando origem ao efeito de bastão aberto. Este efeito é resultante da combinação dos fatores H e T ambos no nível alto (figura 6.21).

É ainda possível estabelecer uma correlação entre a percentagem de absorção (Teste da Bomba) e a produção. Para valores de produção baixos, a percentagem de absorção é baixa, e à medida que esta aumenta, a percentagem de absorção também aumenta. Na realidade uma produção baixa, significa que o bastão não está a crescer dentro dos parâmetros, levando ao aumento da massa volúmica do corpo e consequentemente à diminuição da percentagem de absorção.



Figura 6. 22: Experiência com Humidade alta e Temperatura alta (efeito de bastão aberto).

Importa ainda destacar que para a combinação de fatores H- e T- a reação de polimerização da cola não ocorreu, por esta razão o bastão desagregou logo à saída dos tubos, como se pode observar na figura 6.23.



Figura 6. 23: Experiência com Humidade baixa e Temperatura baixa (bastão a desagregar).

6.7.2. DOE 2

Realizou-se um segundo DOE para os mesmos fatores, mas com níveis mais apertados.

Os resultados obtidos para cada experiência bem como os valores de resposta das respectivas réplicas encontram-se na tabela 6.13, segundo a ordem padrão do fatorial completo, 2^2 .

Tabela 6. 13: Resultados DOE 2.

Ordem Padrão	H	T	HT	Y1	Y2
(1)	-	-	+	16	16
a	+	-	-	28	26
b	-	+	-	22	20
ab	+	+	+	28	33

6.7.2.1. Verificação dos pressupostos da análise de variância

De modo a poder avançar com a análise de variância foi necessário verificar se os pressupostos da mesma se verificavam, para não inviabilizar os resultados.

1. Verificação da Normalidade

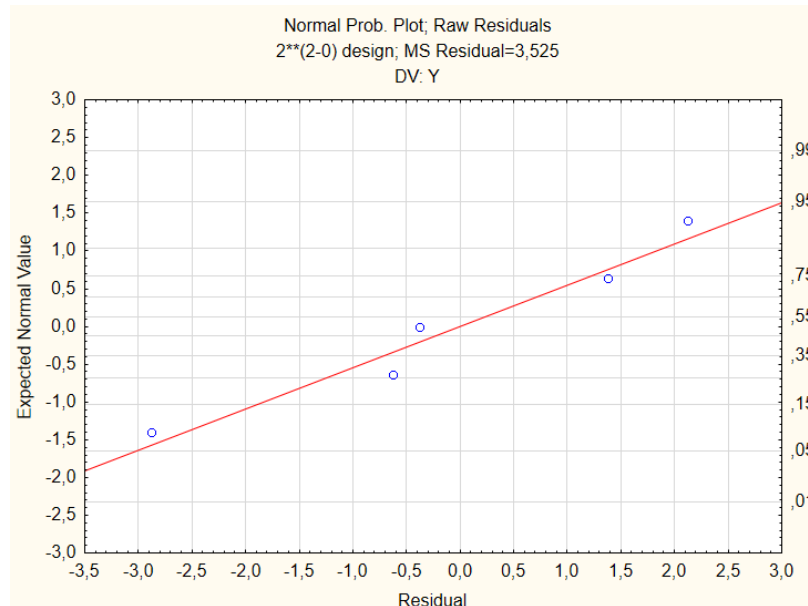


Figura 6. 24: Pressuposto da Normalidade.

Como observado no gráfico os resíduos (pontos azuis) dispõem-se ordenadamente em torno da reta vermelha, concluindo-se assim que o pressuposto é verificado.

2. Verificação da Independência

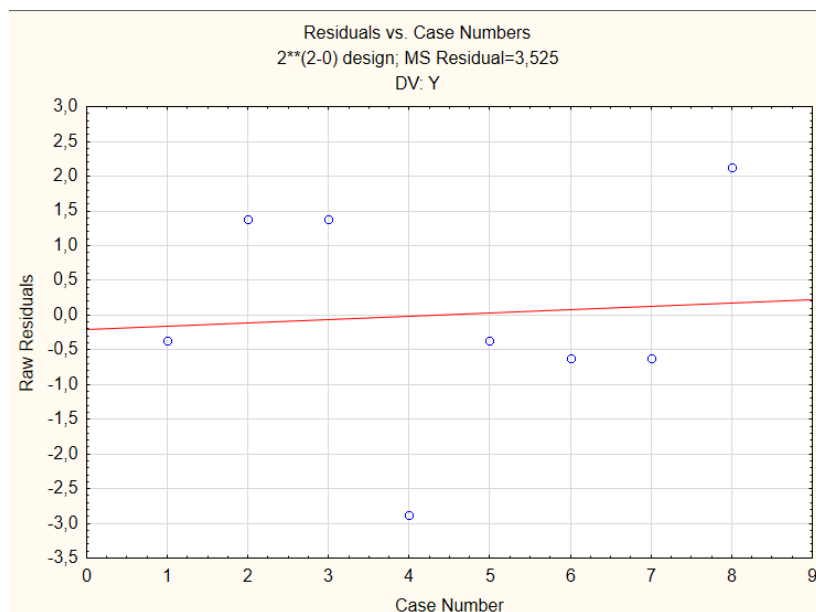


Figura 6. 25: Resíduos em função da ordem das experiências.

Como os pontos se encontram dispostos aleatoriamente em torno da reta vermelha (figura 6.25), conclui-se que o pressuposto da independência também é válido.

3. Verificação da Homogeneidade

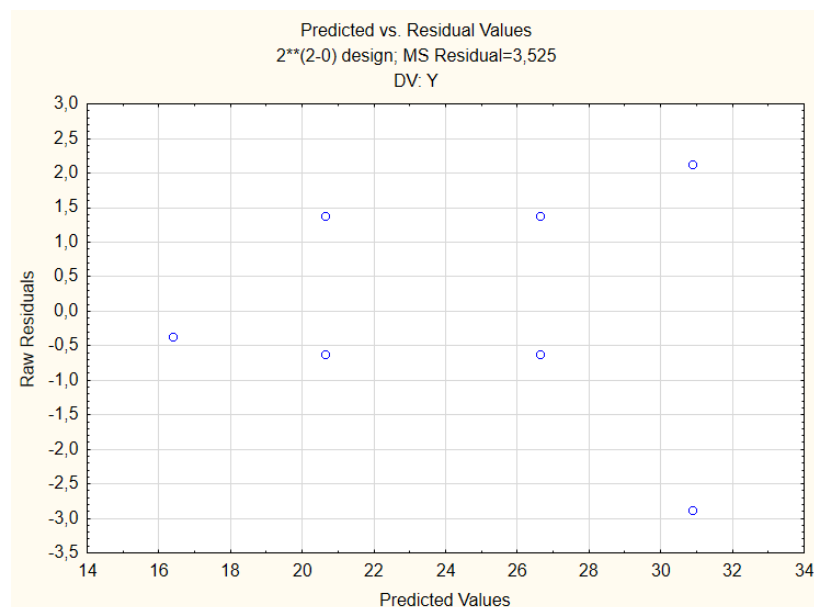


Figura 6. 26: Resíduos em função dos valores previstos.

O último pressuposto diz que os pontos se deveriam dispor aleatoriamente, não mostrando nenhum padrão. O gráfico da figura 6.26 evidencia a formação de uma estrutura em cone.

Conclui-se então que este pressuposto pode ser violado, sendo por isso necessário verificar se é necessário transformar os dados.

4. Transformação Box-Cox

Para verificar se é necessário proceder à transformação dos dados, recorre-se ao método Box-Cox. Caso seja necessária essa transformação, este permite determinar o parâmetro de transformação mais adequado de forma a assegurar a homogeneidade da variância e a normalidade dos dados.

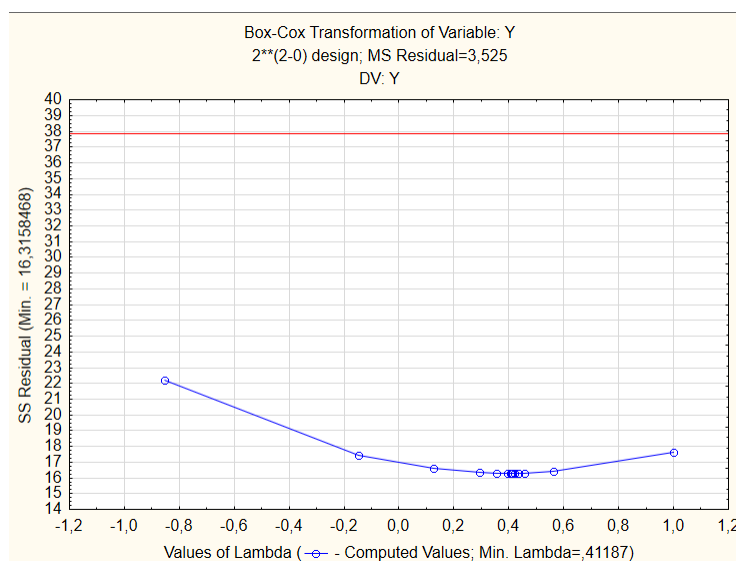


Figura 6. 27: Transformação Box-Cox.

Pela figura 6.27 verificamos que para $\lambda=1$, o ponto da curva se encontra abaixo da linha vermelha, ou seja dentro do intervalo de confiança de 95%, não sendo assim necessário proceder à transformação dos dados.

6.7.2.2. Análise dos efeitos significativos e verificação dos melhores níveis de cada fator

Depois de verificados os pressupostos, segue-se para a determinação dos efeitos significativos e dos melhores níveis de cada fator, para um nível de significância de 5%. Constrói-se assim a tabela ANOVA (tabela 6.14):

Tabela 6. 14: ANOVA.

Factor	SS	df	MS	F	p
(1)H	210,1250	1	210,1250	50,93939	0,002038
(2)T	36,1250	1	36,1250	8,75758	0,041582
1 by 2	1,1250	1	1,1250	0,27273	0,629095
Error	16,5000	4	4,1250		
Total SS	263,8750	7			

Pela tabela 6.14 conclui-se:

- Efeitos significativos: A e B
- Efeitos não-significativos (valores a preto): interação AB

Considera-se que a variação dos efeitos não significativos é residual, sendo esta adicionada à variação do erro. Obtém-se assim uma nova tabela ANOVA, designada por ANOVA condensada (tabela 6.15):

Tabela 6. 15: ANOVA condensada.

Factor	SS	df	MS	F	p
(1)H	210,1250	1	210,1250	59,60993	0,000582
(2)T	36,1250	1	36,1250	10,24823	0,023961
Error	17,6250	5	3,5250		
Total SS	263,8750	7			

Conclui-se assim que os efeitos significativos são os fatores H, T. Como todos os valores de F presentes na tabela são superiores ao $F_{crítico} = 6,608$, confirma-se que estes são efetivamente os efeitos significativos.

De seguida determinaram-se os melhores níveis para os fatores significativos, analisando os gráficos correspondentes à variação das respostas dos fatores. De forma análoga ao DOE 1, a característica da qualidade que se pretende minimizar é a percentagem de absorção dos corpos (valores $\leq 20\%$).

Analisando as interações de um fator:

- Fator H (humidade superficial do granulado)

Tabela 6. 16: Valor dos níveis para o fator H.

H	Means	Pooled Std.Dev.	Overall Std.Dev.	N	Std.Err. for Mean	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt
6	18,50000	1,000000	3,000000	4	1,015505	15,68051	21,31949
11	28,75000	2,692582	2,986079	4	1,015505	25,93051	31,56949

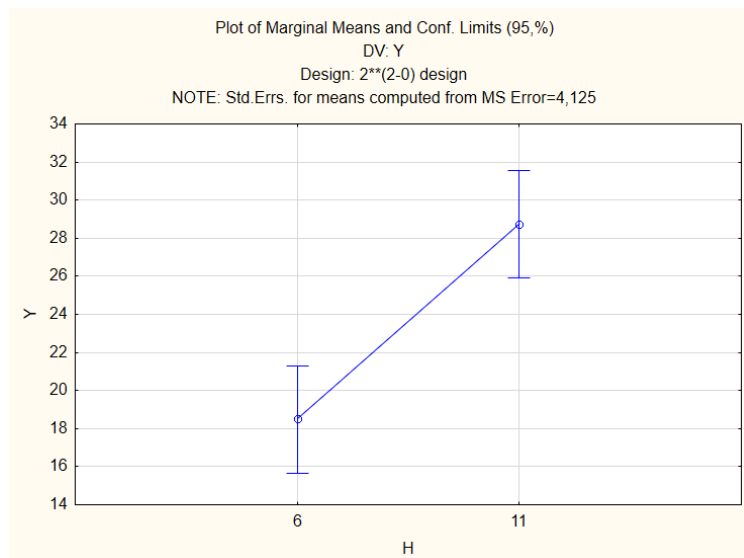


Figura 6. 28: Resposta para a variação dos níveis do fator H.

De acordo com a tabela 6.16 e a figura 6.28 apresentadas conclui-se que o melhor nível para o fator H é o baixo (6%), uma vez que se obtêm absorções mais baixas para humidade do granulado mais baixa.

- Fator T (temperatura de extrusão)

Tabela 6. 17: Valor dos níveis para o fator T.

T	Means	Pooled Std.Dev.	Overall Std.Dev.	N	Std.Err. for Mean	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
110	21,50000	1,000000	6,403124	4	1,015505	18,68051	24,31949
130	25,75000	2,692582	5,909033	4	1,015505	22,93051	28,56949

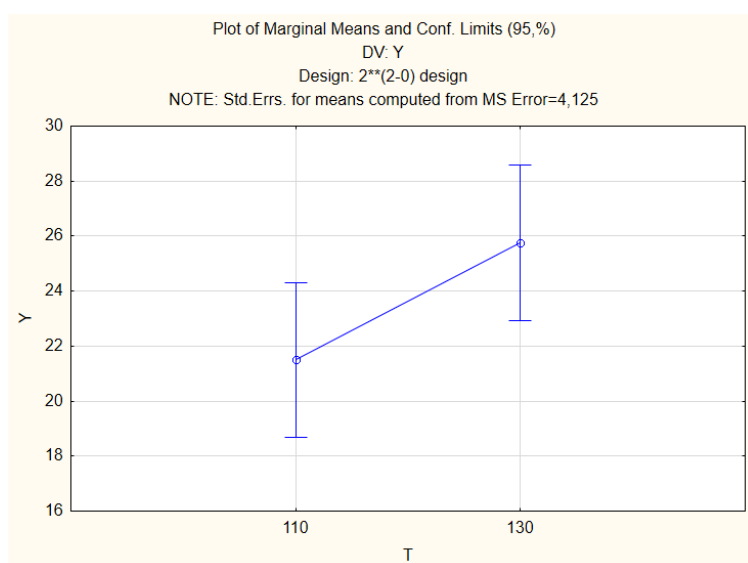


Figura 6. 29: Resposta para a variação dos níveis do fator T.

Analisando a figura 6.29 conclui-se que o melhor nível para o fator T é o baixo (T-), ou seja, obtêm-se absorções mais baixas quando a temperatura de extrusão é menor (neste caso 110°C).

Mesmo não sendo significativa a interação HT fez-se o gráfico da superfície de resposta:

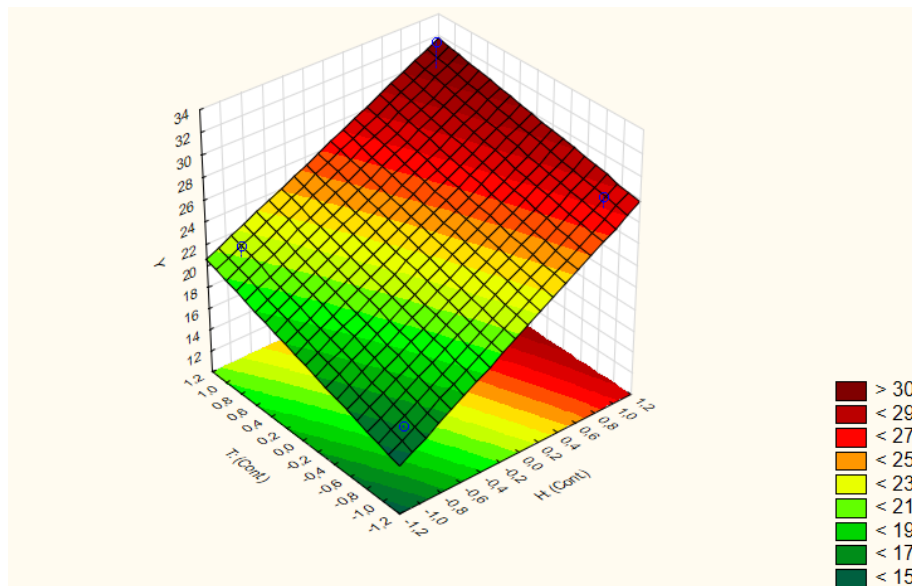


Figura 6. 30: Superfície de resposta para a interação HT.

De acordo com o gráfico da superfície de resposta verifica-se que o melhor nível para ambos os fatores da interação (H e T) é o nível baixo. No entanto quando H está no nível baixo, apesar de ser sempre melhor para a resposta que T esteja no nível baixo, se este estiver no nível alto (T+), em princípio também será positivo uma vez que a percentagem de absorção contínua abaixo dos 20%.

Estes resultados confirmam as conclusões do primeiro DOE. Obtêm-se melhores valores de absorção quando H e T estão no nível baixo. Neste caso os níveis experimentados levam a respostas de absorção mais perto do valor alvo, ou até mesmo abaixo dele. Desta forma é preferível utilizar uma humidade superficial do granulado entre 6 e 7% e uma temperatura de 110°C.

Durante e após a execução das experiências, realizaram-se alguns ensaios, para além do Teste da Bomba, como por exemplo: crescimento do bastão (produção), massa volúmica, dimensões e humidade, permeabilidade, entre outros.

À semelhança do que se fez no DOE 1, para se perceber se a correlação encontrada entre a produção e a massa volúmica do corpo, e entre a produção e os valores do Teste da Bomba, se verifica para os níveis experimentados no DOE 2, construiu-se o gráfico 6.31 (tabela de auxílio no Anexo D):

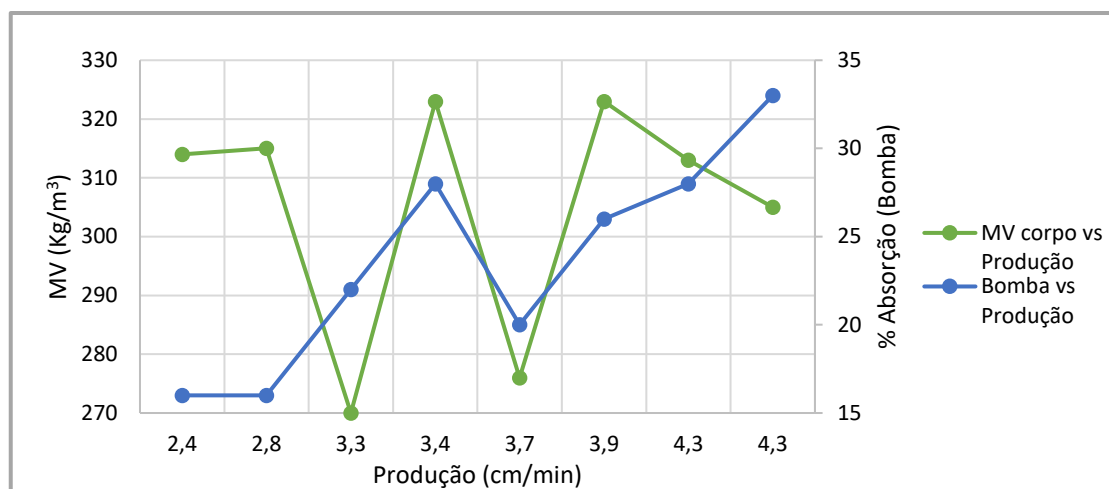


Figura 6. 31: MV vs. Produção e % Absorção (Bomba) vs. Produção.

Neste caso, não existe uma correlação entre a produção e a massa volúmica do corpo aglomerado, uma vez que para valores de produção na gama de 3,3-3,7 cm/min, a massa volúmica tanto toma valores altos como baixos.

Relativamente à percentagem de absorção (Teste da Bomba) vs. Produção, pode afirmar-se que existe uma tendência dos valores. À medida que a produção aumenta, a percentagem de absorção também aumenta, à exceção de um ponto em que isso não se verifica. Estabelecendo a ponte com o processo de aglomeração, a existência de uma produção mais elevada, significa que o bastão está a crescer muito rapidamente, levando à diminuição da massa volúmica do corpo e consequentemente ao aumento percentagem de absorção.

Numa tentativa de relacionar a permeabilidade com a percentagem de absorção dada pelo Teste da Bomba, construiu-se a tabela 6.18.

Tabela 6. 18: Respostas DOE 2 e resultados de permeabilidade.

Exp.	H	T	Y1	Nº fugas	Y2	Nº fugas
1	-	-	16	0	16	0
2	+	-	28	3	26	2
3	-	+	22	0	20	0
4	+	+	28	5	33	5

Quando uma rolha se deixa atravessar por ar, é de esperar que também se deixe atravessar por líquidos, isto é, quando há fugas espera-se que uma rolha tenha percentagens de absorção mais elevadas. A existência de fugas nem sempre implica que a percentagem de absorção seja maior, no entanto, como se pode observar na tabela 6.18, quando as absorções são mais elevadas, o número de fugas é maior, o que vem confirmar o que se esperava.

Resumindo:

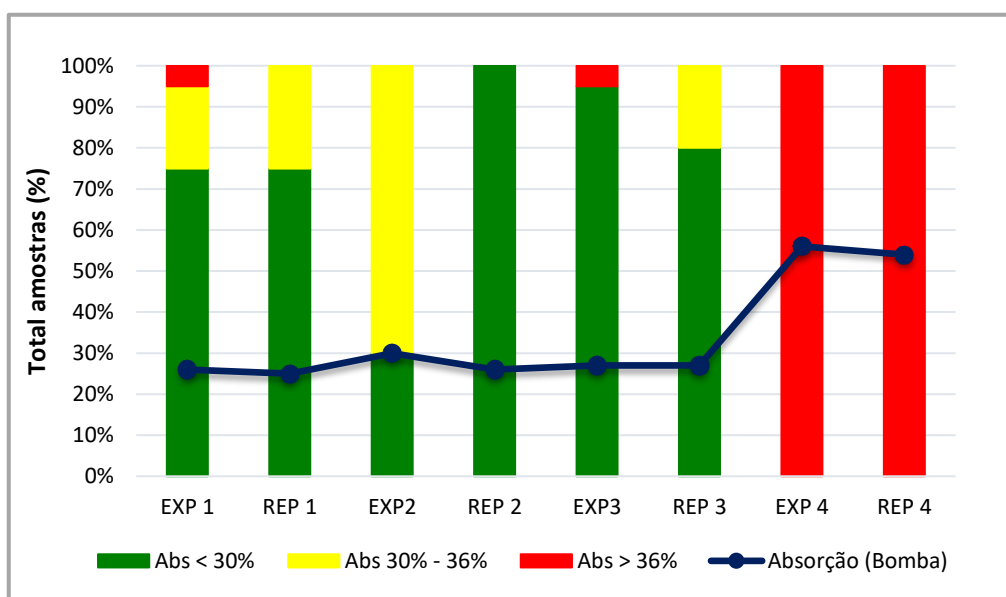


Figura 6. 32: Resultados globais para o DOE 1 (experiências e réplicas).

Por observação da figura 6.32 é possível concluir que na experiência 4, e respetiva réplica, todos os valores de absorção dados pelo Teste da Bomba se encontram acima do limite de especificação (36%), o que não se verifica nas restantes experiências. Nas experiências 1 e 3, há 5% de absorções acima de 36%, o correspondente a uma rolha em vinte. Na experiência 2, os valores obtidos para a totalidade de amostras da réplica são com absorções <30% (H+ e T-), por sua vez a experiência que lhe deu origem é composta maioritariamente por amostras com absorções entre 30 e 36%. Uma justificação possível é o facto de a máquina ainda se encontrar a estabilizar para as condições experimentadas.

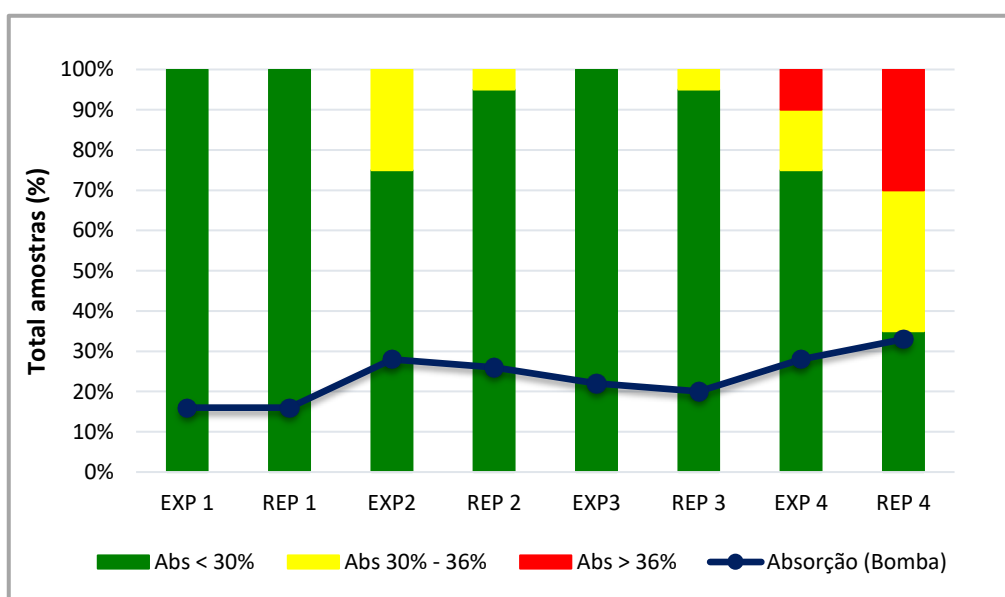





Figura 6. 33: Resultados globais para o DOE 2 (experiências e réplicas).

Para o DOE 2 conclui-se que apenas na experiência 1 se conseguiu reproduzir os mesmos resultados na resposta e na réplica, verificando-se 100% dos valores de absorção abaixo dos 30%, o que não se verifica, com tanta expressão, nas restantes experiências. Relativamente às experiências 2 (H+ e T-) e 3 (H- e T+) os resultados de absorção são bastante bons, havendo um aumento significativo para 100% de absorções abaixo dos 30%. Na experiência 4, tanto para a resposta como para a sua réplica obtêm-se valores de absorção acima de 36% (H+ e T+). Assim, a melhor experiência para este DOE é a primeira, o que corresponde aos fatores humidade superficial baixa (6-7%) e temperatura baixa (110 °C).

6.8. Especificações do Processo

Neste ponto são apresentadas as especificações das variáveis do processo, de acordo com os resultados obtidos nos ensaios realizados:

- Granulado  **MV:** 68 - 72 Kg/m³
H: 6 - 11%
- Mistura*  Granulado, Cola, Látex e Parafina;
- Estabilização  ≥ 24 Horas;
- Extrusão  **Temperatura:** 110 – 130 °C
Tempo cozedura: 5 – 15 minutos
- Produção  3,5 - 4 cm/min.

*Por razões de confidencialidade não se apresentam os valores das percentagens dos componentes da mistura.

Conclusões e Sugestões de Trabalhos Futuros

O efeito de má aglomeração em rolhas técnicas de cortiça é um fenómeno que se tem vindo a notar esporadicamente em corpos para espumosos RCT. O bastão aberto e as fugas são exemplos provocados por este efeito.

As variáveis que influenciam o processo de aglomeração de rolhas técnicas de cortiça são a humidade do granulado, a temperatura de extrusão, a quantidade de parafina e a idade da mistura (conclusão retirada após realização da Análise dos Modos de Falha e Efeitos).

A desagregação dos corpos é observada através do Teste da Bomba Hidrostática. Ao caraterizar a linha 3 da extrusão AGLO verificou-se que existem diferenças significativas entre as máquinas, e também entre os lados da mesma máquina.

A temperatura, enquanto catalisador da reação de polimerização da cola com o granulado, em conjugação com outras variáveis torna-se um dos fatores que contribuem para o efeito de má aglomeração. É necessário reduzir a variabilidade de temperatura entre as máquinas extrusoras, para que se consiga obter uma aglomeração mais eficiente. Como solução propõe-se a verificação das temperaturas em todos os arranques de produção. Uma outra solução a avaliar será a instalação de alarmes ou de sondas digitais de temperatura em todas as máquinas extrusoras para que se consiga fazer um controlo diário da temperatura e agir caso esta não esteja de acordo com a temperatura especificada (set-point).

O tempo de cozedura (tempo de permanência do bastão no forno) quando combinado com a temperatura é um fator de grande risco para a ocorrência da má aglomeração. Concluiu-se assim que para a temperatura especificada pelo processo (115° - 120°C) deve ter-se um tempo de cozedura entre 5 e 15 minutos para que o bastão saia bem aglomerado, mas não queimado nem a desagregar.

Foi ainda possível verificar que o produto não conforme é um fator de risco para a desagregação dos corpos mesmo após reprocessamento, existindo diferenças significativas quando comparado com o produto conforme. A solução que se propõe passa por perceber se o PNC bastão aberto deve ser reprocessado ou ir para lenhas.

Com a realização do primeiro DOE percebeu-se que o efeito de bastão aberto resulta da combinação das variáveis temperatura e humidade do granulado. Foi possível estabelecer uma correlação entre a percentagem de absorção no Teste da Bomba Hidrostática e a produção (crescimento de bastão). Para valores de produção baixos, a percentagem de absorção é baixa, e à medida que esta aumenta, a percentagem de absorção também aumenta. Na realidade uma produção alta leva à diminuição da massa volúmica do corpo e consequentemente ao efeito de bastão aberto.

No segundo DOE verificou-se que para uma humidade do granulado entre 6 e 7% a percentagem de absorção no Teste da Bomba Hidrostática está abaixo de 30%, independentemente de a temperatura estar a 110°C ou 130°C. Verificou-se ainda que a humidade acima de 11% leva a percentagens elevadas de absorção. A solução para que não ocorra má aglomeração passa por não utilizar granulado com humidade abaixo de 6% e acima de 11% e utilizar temperaturas de extrusão entre 110°C e 130°C.

Ter corpos com a oscilação de valores de absorção verificada no Teste da Bomba Hidrostática demonstra que existem falhas no processo de aglomeração. Juntamente com as causas identificadas na AMFE a grande conclusão que se retira deste estudo é que se pode reduzir a variabilidade do processo de aglomeração, melhorando o controlo do mesmo.

7.1. Sugestões de Trabalhos Futuros

Neste ponto apresentam-se sugestões de possíveis trabalhos futuros relativamente ao processo de aglomeração e à absorção em rolhas técnicas de cortiça.

- **DOE para as variáveis humidade do granulado e idade da mistura.**

Realizar um Desenho de Experiências com o objetivo de perceber quais os melhores níveis para os fatores Humidade do granulado e Idade da mistura, e quais os efeitos da combinação destes fatores no bastão/corpo aglomerado.

- **Estudar a variabilidade da temperatura de extrusão.**

Propõe-se um estudo da variabilidade da temperatura de extrusão de forma a perceber qual a variação das temperaturas das máquinas extrusoras com o tempo, e desta forma perceber se é necessário implementar novos procedimentos.

- **Influência da heterogeneidade da mistura no processo de aglomeração.**

Seria interessante perceber qual a influência que o tamanho das partículas de granulado tem na mistura. Sugere-se assim fazer um estudo da percentagem de absorção no Teste da Bomba em função da distribuição granulométrica do granulado.

- **Influência da etapa ROSA no Teste da Bomba Hidrostática.**

Para uma caracterização mais aprofundada do processo de aglomeração, sugere-se que se faça um estudo da influência do ROSA® na percentagem de absorção do Teste da Bomba. O objetivo seria tentar perceber se as condições de operação a que o granulado é sujeito na etapa ROSA influenciam significativamente a capacidade de absorção das rolhas.

Bibliografia

Amorim, 2016. Relatório e Contas 2015.

Amorim, 2016. Acedido em Março de 2016. <http://www.amorimcork.com/pt/products/catalogue/>.

APCOR, 2015. *Estudo de Caracterização Setorial: Estatísticas e Prospetiva* (2015).

APCOR, 2016. Acedido em Abril de 2016. <http://www.apcor.pt>.

BillMeyer, Jr. Fred W., 1984. *Textbook of Polymer Science*. John Wiley & Sons.

Campos, A.R., 2000. *Comportamento de Compósitos Borracha/Cortiça para Aplicação em Juntas*. Universidade do Minho.

Cruz, Simão P.S. (2009). *Implementação de uma FMEA no caso de uma luminária*. Universidade de Aveiro. Aveiro.

Dinis, Micael S., 2014. *Procedimento de Amostragem de Aparas para Quantificação de 2,4,6-tricloroanisol*. FCT-UNL. Caparica.

Doyle E.N., 1971. *The development and use of polyurethane products*. McGraw-Hill.

Fabrigues, 2016. *Colas e Processos de Produção de Rolhas Aglomeradas de Cortiça*.

Gil, L., 1998. *CORTIÇA Produção, Tecnologia e Aplicação*, Instituto Nacional de Engenharia e Tecnologia Industrial, Lisboa.

Grunske, Lars et al, 2011. "Experience with fault injection experiments for FMEA". Acedido a 15 de Março de 2016, em <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/spe.1039/abstract>.

Jacinto, Celeste, 2014. *Métodos fundamentais para Análise e Avaliação de Riscos (qualitativos)*, FCT-UNL, Caparica.

Kletz, Trevor, 1992. HAZOP AND HAZAN, *Identifying and Assessing Precess Industry Hazards*. 3º ed. Institution of Chemical Engineers, Cap. 2.

Lawley, H. G., 1974. *LOSS PREVENTION: Operability Studies and Hazard Analysis*, Chemical Engineering Progress (vol 70, nº 4), 45-56.

Marques, A.F., 2000. *Evolução Histórica da Indústria Corticeira*. Instituto Superior de Agronomia. Lisboa. Acedido a 20 de Maio de 2016, em <http://naturaLink.pt/article.aspx?menuid=3&cid=93808&bl=1&viewall=true>

Natividade, J., 1950. *Subericultura, Ministério da Economia – Direção Geral dos Serviços Florestais e Agrícolas*, Porto.

Oliveira, M., Oliveira, L., (2000). *A cortiça*. Corticeira Amorim. Rio de Mouro.

Palady, Paul, 1997. *FMEA: Análise dos Modos de Falha e Efeitos: prevendo e prevenindo problemas antes que ocorram*. São Paulo: IMAM.

Pereira, Helena, 1993. *Qualidade e processamento da cortiça*, Relatório Final – PEDIP I/Progr.5, Lisboa.

Pereira, Helena, 2006. *A Cortiça: características naturais que potenciam novas aplicações*. Santa Maria da Feira.

Pereira, Z.L., 2014. *Análise dos Modos de falha e efeitos (AMFE)*, Cadeira de Gestão da Qualidade, FCT-UNL. Caparica

Pereira e Requeijo, Z.L. e J.G., 2012. *Qualidade: Planeamento e Controlo Estatístico de Processos*. Coedição de FFCT - Fundação da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Lisboa, 2ª Edição. Caparica.

Quintella, Mônica C., 2014. *Adaptação e Aplicação da Técnica HAZOP na Identificação de Risco na Área de Serviço de Saúde: Estudo de Caso HEMOCENTRO/UNICAMP*.

Silva, A.L.D., 2005. *Síntesis, caracterización y propiedades de adhesión de adhesivos basados en quasi-prepolímeros de isocianato terminal*. Tesis Doctoral, Alicante, Espanha, Universidad de Alicante.

Silva, E.F.S., 2014. *Controlo de Qualidade de Rolhas de Cortiça Microaglomeradas*.

Silva, M.M., 2010. *Apontamentos de tecnologia dos produtos florestais: A cortiça – suas características e propriedades*, UTAD.

Solomons G e Fryhle C., 2000. *Organic Chemistry*, 7th edition. John Wiley & Sons.

UI-Equipar, 2016.

Viana, M.M.F., 2007. *Pré-Polímeros Reativos de Poliuretano: Processo de Síntese e Estudos de Aplicação*. IST. Lisboa.

Vilar, W.D., 2002. *Química e Tecnologia de Poliuretanos*, Pronor.

Young RJ e Lovell PA, 2002. *Introduction to polymers*, 2nd edition. United Kingdom: Nelson Thornes Ltd.

Anexos

Anexo A – Tabelas para cálculo dos NPR's

- Índice de Gravidade dos Efeitos

Tabela 8. 1: Índice de Gravidade dos Efeitos.

Critério	Efeito no Cliente	Índice de Gravidade (G)
Pouco significativa A falha pode causar algum efeito no rendimento do produto	Efeito Mínimo O cliente não será capaz de detetar a falha	1-2
Pouco Importante A falha pode causar somente ligeiro inconveniente ao cliente	Efeito Menor O cliente não notará deterioração alguma no rendimento do produto	3-4
Moderada A falha causa certo descontentamento no cliente	Efeito Maior O cliente observa certa deterioração no desempenho do produto	5-6
Grave A falha causa grande descontentamento no cliente	Efeito Crítico Grande deterioração no desempenho do produto, sem pôr ainda em segurança ou o não cumprimento de requisitos legais	7-8
Muito Grave A falha causa problemas de segurança	Segurança afetada O produto não cumpre os requisitos legais e/ou de segurança	9-10

- Índice de Ocorrência dos Efeitos

Tabela 8. 2: Índice de Ocorrência dos Efeitos

CrITÉrios		Prob. de Ocorrência	Índice de Ocorrência (O)
Muito Escassa	Falha inexistente em projetos anteriores.	0	1
Escassa	Muito poucas falhas em projetos anteriores.	1/20 000 1/4 000	2 3
Moderada	Falha que apareceu ocasionalmente em anos anteriores, mas em pequena quantidade.	1/1 000 1/400	4 5
Frequente	Falha associada a uma concepção deficiente ou a um procedimento de controlo não adequado.	1/80 1/40	6 7
Elevada	Falha que tenha causado com frequência problemas no passado. Pode também ser uma falha causada por uma omissão numa etapa crítica da concepção e desenvolvimento	1/20 1/8	8 9
Muito Elevada	Probabilidade elevada de a falha vir a ocorrer em grandes proporções	1/2	10

- Índice de Detecção dos Efeitos

Tabela 8. 3: Índice de Detecção dos Efeitos.

CrITÉrio	Índice de Detecção (D)
Prob. Remota de um defeito chegar ao cliente	1 – 2
Prob. Baixa do defeito chegar ao cliente	3 – 4
Prob. Moderada do defeito chegar ao cliente	5 – 6
Prob. Elevada do defeito chegar ao cliente	7 – 8
Prob. Muito Elevada do defeito chegar ao cliente	9
De Certeza que o defeito chega ao cliente	10

Anexo B – Tabelas de apoio ao Teste de Tukey

Tabela 8. 4: ANOVA.

<i>Tabela da Anova</i>				
	<i>G.L.</i>	<i>Soma.de.Quadrados</i>	<i>Quadrado.Médio</i>	<i>Estat..F</i>
Fator	11	1,256709243	0,114246295	38,39860839
Resíduos	4909	14,60560903	0,002975272	4,03592E-80

Tabela 8. 5: Comparações múltiplas.

<i>Comparações Múltiplas</i>				
<i>Níveis</i>	<i>Centro</i>	<i>Limite Inferior</i>	<i>Limite Superior</i>	<i>P-valor</i>
2-1	0,011573169	-0,000446163	0,0235925	0,071868175
3-1	-0,008860077	-0,020455386	0,002735232	0,341014379
4-1	-0,015453184	-0,026932304	-0,003974065	0,000673219
5-1	-0,012929764	-0,024144563	-0,001714964	0,009069083
6-1	-0,008555286	-0,020009197	0,002898626	0,377552827
7-1	0,028678606	0,017652895	0,039704316	1,04981E-08
8-1	0,020508819	0,004582932	0,036434706	0,001551616
9-1	0,027852267	0,015614519	0,040090015	1,05058E-08
10-1	0,004255222	-0,009891606	0,01840205	0,998043606
11-1	0,000585274	-0,011660493	0,01283104	1
12-1	0,028023489	0,003509302	0,052537675	0,01021246
3-2	-0,020433246	-0,032148143	-0,008718349	8,27526E-07
4-2	-0,027026353	-0,038626259	-0,015426447	1,05001E-08
5-2	-0,024502932	-0,035841333	-0,013164531	1,06182E-08
6-2	-0,020128454	-0,031703415	-0,008553494	9,13083E-07
7-2	0,017105437	0,005954029	0,028256846	3,5237E-05
8-2	0,00893565	-0,007077516	0,024948816	0,804699599
9-2	0,016279098	0,003927981	0,028630215	0,001012073
10-2	-0,007317946	-0,021562958	0,006927065	0,877713543
11-2	-0,010987895	-0,023346957	0,001371167	0,13859557
12-2	0,01645032	-0,008120658	0,041021298	0,557750139
4-3	-0,006593108	-0,017753066	0,004566851	0,739346415
5-3	-0,004069687	-0,014957579	0,006818206	0,987312416
6-3	0,000304791	-0,010829237	0,011438819	1
7-3	0,037538683	0,026845658	0,048231708	1,0498E-08
8-3	0,029368896	0,013671496	0,045066296	7,80064E-08
9-3	0,036712344	0,02477346	0,048651228	1,04981E-08
10-3	0,013115299	-0,000773805	0,027004404	0,08549854
11-3	0,009445351	-0,002501753	0,021392454	0,288387749
12-3	0,036883565	0,012517199	0,061249932	4,93414E-05

5-4	0,002523421	-0,008240649	0,013287491	0,999814348
6-4	0,006897899	-0,004115074	0,017910872	0,660187833
7-4	0,04413179	0,033564871	0,054698709	1,0498E-08
8-4	0,035962003	0,020350234	0,051573773	1,0502E-08
9-4	0,043305451	0,03147938	0,055131522	1,0498E-08
10-4	0,019708407	0,005916154	0,033500659	0,000192664
11-4	0,016038458	0,004204089	0,027872827	0,000589453
12-4	0,043476673	0,019165383	0,067787963	3,60009E-07
6-5	0,004374478	-0,006362705	0,015111661	0,975016782
7-5	0,041608369	0,031329201	0,051887538	1,0498E-08
8-5	0,033438583	0,018020123	0,048857042	1,05985E-08
9-5	0,04078203	0,029212351	0,05235171	1,0498E-08
10-5	0,017184986	0,003611933	0,030758038	0,002092281
11-5	0,013515037	0,001936876	0,025093198	0,007597987
12-5	0,040953252	0,016765644	0,06514086	2,13833E-06
7-6	0,037233892	0,026694362	0,047773421	1,0498E-08
8-6	0,029064105	0,013470861	0,044657349	8,83903E-08
9-6	0,036407553	0,024605949	0,048209157	1,04981E-08
10-6	0,012810508	-0,000960771	0,026581787	0,097136466
11-6	0,009140559	-0,002669359	0,020950478	0,320860695
12-6	0,036578774	0,012279376	0,060878172	5,66477E-05
8-7	-0,008169787	-0,023451261	0,007111687	0,84565177
9-7	-0,000826339	-0,012212825	0,010560147	0,999999999
10-7	-0,024423384	-0,037840624	-0,011006143	1,97041E-07
11-7	-0,028093332	-0,039488436	-0,016698228	1,04982E-08
12-7	-0,000655117	-0,024755635	0,0234454	1
9-8	0,007343448	-0,008834303	0,023521199	0,945117504
10-8	-0,016253597	-0,033919663	0,00141247	0,106339994
11-8	-0,019923545	-0,036107363	-0,003739727	0,003352142
12-8	0,007514669	-0,019185565	0,034214904	0,998936542
10-9	-0,023597045	-0,038026823	-0,009167266	6,09804E-06
11-9	-0,027266993	-0,039838571	-0,014695416	1,0598E-08
12-9	0,000171222	-0,024507334	0,024849777	1
11-10	-0,003669949	-0,018106528	0,010766631	0,999593024
12-10	0,023768266	-0,001910546	0,049447078	0,101242055
12-11	0,027438215	0,002755682	0,052120748	0,01484913

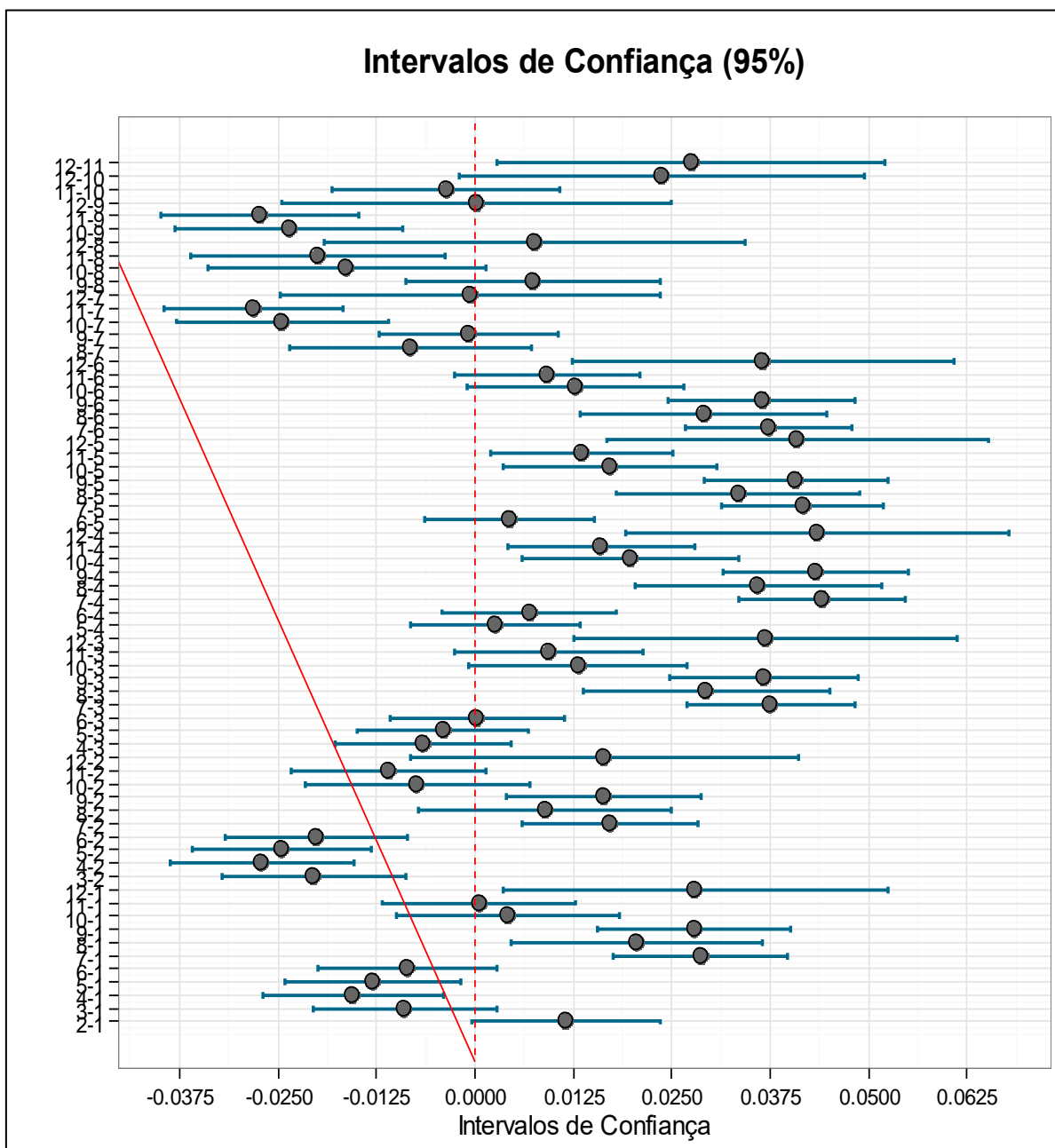


Figura 8. 1: Intervalos de Confiança (95%).

Observação: as combinações dos meses que contêm zero no intervalo não são estatisticamente diferentes. Todas as outras são.

Anexo C – Tabela de auxílio à construção dos gráficos das figuras 6.10 e 6.11

Tabela 8. 6: Teste da Bomba para a Escolha AGLO.

	BOMBA_Escolha					
	PC			PNC		
	m2	m3	Bomba	m2	m3	Bomba
1	9,9170	8,1766	21%	10,3719	8,0688	29%
2	10,8802	8,7175	25%	10,4146	7,7871	34%
3	10,7226	8,6130	24%	10,7805	8,1087	33%
4	10,1066	8,5163	19%	10,1499	8,1594	24%
5	10,1965	8,0978	26%	10,9528	8,1457	34%
6	10,0274	8,1803	23%	10,8635	8,0730	35%
7	10,1113	8,3780	21%	10,7418	8,1639	32%
8	9,9761	8,2636	21%	10,5581	8,1967	29%
9	10,0406	8,3966	20%	11,3083	8,1338	39%
10	10,0658	8,3242	21%	11,1811	8,0167	39%
11	10,6485	8,3291	28%	10,2244	8,4226	21%
12	10,2593	8,4269	22%	10,6012	8,1100	31%
13	10,2583	8,1765	25%	10,3586	7,9690	30%
14	11,3456	9,0770	25%	10,1446	8,4337	20%
15	10,1870	8,2043	24%	10,0367	8,1247	24%
16	12,1450	8,9859	35%	9,9085	8,0465	23%
17	11,3885	8,7746	30%	10,1686	7,8234	30%
18	10,8069	8,7175	24%	9,9844	8,0509	24%
19	10,4320	8,3183	25%	9,9794	7,8876	27%
20	10,8760	8,4599	29%	10,2314	8,4502	21%
21	10,2180	8,4285	21%	10,5601	8,3106	27%
22	11,4013	9,0974	25%	10,0205	8,0570	24%
23	9,9740	8,1987	22%	9,6974	7,8985	23%
24	10,6777	8,5276	25%	10,5961	8,2984	28%
25	10,3462	8,3913	23%	10,1404	8,2060	24%
26	11,0728	8,3477	33%	10,4851	8,1441	29%
27	10,3632	8,1939	26%	10,4656	8,4492	24%
28	11,1295	8,8211	26%	13,5726	9,4558	44%
29	10,5000	8,1936	28%	11,0453	8,8289	25%
30	10,4290	8,3463	25%	10,5685	8,5220	24%
31	9,2774	7,7129	20%	10,1278	7,8630	29%
32	9,9939	8,2529	21%	12,0252	9,0649	33%
33	10,0048	8,3528	20%	11,3968	9,4987	20%
34	9,8334	8,0281	22%	10,7274	8,4112	28%

35	10,0572	8,2285	22%	9,7382	7,7931	25%
36	8,9848	7,5084	20%	11,6922	8,8010	33%
37	9,3423	7,6131	23%	9,2047	7,6114	21%
38	9,7821	8,2611	18%	9,2037	7,5632	22%
39	9,4886	7,7919	22%	9,7523	8,0894	21%
40	8,6393	7,2961	18%	9,5781	7,8005	23%
41	9,1561	7,7976	17%	9,0784	7,6471	19%
42	9,7209	8,0091	21%	10,4533	8,3299	25%
43	9,6371	8,0740	19%	9,2893	7,6507	21%
44	10,3751	8,3990	24%	9,2720	7,7297	20%
45	10,0024	8,2467	21%	9,5984	7,8736	22%
46	9,0820	7,5830	20%	9,6805	7,7608	25%
47	9,8006	8,0506	22%	9,7264	7,9532	22%
48	9,2788	7,7787	19%	9,0687	7,3934	23%
49	9,6961	8,2469	18%	9,4140	7,7584	21%
50	9,1076	7,5734	20%	9,5524	7,8675	21%
51	9,7190	8,0111	21%	9,6942	8,0210	21%
52	9,6161	7,9396	21%	9,5425	7,6832	24%
53	9,7045	8,0412	21%	10,0892	8,3573	21%
54	9,9626	8,1423	22%	9,4368	7,6732	23%
55	9,4450	7,9573	19%	9,2180	7,7135	20%
56	9,7328	8,0392	21%	12,5670	8,7928	43%
57	9,6517	8,1504	18%	11,1640	8,7030	28%
58	9,9380	8,2554	20%	9,4790	7,7678	22%
59	10,0716	8,3145	21%	11,7916	8,1785	44%
60	9,8112	8,1898	20%	10,1204	7,9690	27%
61	9,3375	7,7434	21%	9,6150	7,7283	24%
62	9,5064	7,9948	19%	9,8938	8,1540	21%
63	9,3977	7,6230	23%	10,5993	8,1797	30%
64	13,0110	9,1041	43%	9,2657	7,4346	25%
65	9,9925	8,1101	23%	9,2162	7,6409	21%
66	9,7482	7,8776	24%	10,6700	8,4831	26%
67	9,6402	7,7746	24%	8,8789	7,3824	20%
68	10,0654	7,9403	27%	9,4717	7,5465	26%
69	9,3117	7,9097	18%	10,4916	8,6101	22%
70	10,0040	8,2058	22%	9,5744	7,5861	26%
71	9,3889	7,7979	20%	9,6707	7,9834	21%
72	11,1088	8,3656	33%	12,3370	8,6060	43%
73	10,0071	8,1612	23%	12,2012	8,9748	36%
74	10,3638	8,1786	27%	10,5899	8,6156	23%
75	9,9747	7,9482	25%	9,6591	7,9785	21%
76	9,2042	7,4442	24%	9,7490	8,1065	20%
77	9,7980	8,1114	21%	9,4096	7,8435	20%
78	9,8907	8,0423	23%	10,5042	8,6087	22%

79	9,8075	8,0838	21%	9,6419	7,7721	24%
80	9,1574	7,8790	16%	9,5469	7,7908	23%
81	9,8814	8,2128	20%	11,1209	8,7824	27%
82	10,7198	9,0535	18%	10,1742	8,5266	19%
83	10,1221	8,4087	20%	9,3932	7,9159	19%
84	10,2973	8,4106	22%	10,5935	8,3504	27%
85	10,5698	8,5151	24%	10,5915	8,5935	23%
86	9,7634	7,8193	25%	9,4440	7,7570	22%
87	9,0279	7,7354	17%	10,0206	8,1666	23%
88	10,5326	8,2945	27%	10,0760	8,3513	21%
89	10,9252	8,3097	31%	10,2768	8,2713	24%
90	10,3123	8,3441	24%	10,8222	8,4958	27%
91	9,3369	7,9138	18%	10,1451	8,0462	26%
92	10,1040	8,2413	23%	9,5635	7,9163	21%
93	9,7274	7,9118	23%	11,0650	8,5187	30%
94	10,3666	8,2140	26%	9,7314	8,1658	19%
95	9,3636	7,9107	18%	10,4380	8,4718	23%
96	10,5580	8,1924	29%	10,8671	8,8947	22%
97	10,2360	8,1516	26%	8,8924	7,4875	19%
98	9,1517	7,6051	20%	10,5618	8,6590	22%
99	9,7498	7,5842	29%	12,1603	8,9253	36%
100	10,0068	8,3430	20%	9,8566	8,1526	21%

Anexo D – Tabelas de auxílio à construção dos gráficos das figuras 6.21 e 6.31

Tabela 8. 7: Produção vs. MV no DOE 1.

H (%)	T (°C)	P (cm/min)	MV (Kg/m ³)	Bomba (%)	ABS (%)	Hcorpo (%)
14	105	2,6	330	26	18	11
14	105	3,0	328	30	21	11
4	105	3,1	306	26	24	5,3
4	105	3,1	302	25	24	5,1
4	135	3,5	290	27	26	3,7
4	135	4,0	274	27	27	4,4
14	135	4,8	270	56	40	11
14	135	5,0	270	54	38	11

Tabela 8. 8: Produção vs. MV no DOE 2.

H (%)	T (°C)	P (cm/min)	MV (Kg/m ³)	Bomba (%)	ABS (%)	Hcorpo (%)
6,5	110	2,4	314	16	17	5,1
6,5	110	2,8	315	16	18	4,8
6,5	130	3,3	270	22	22	5,4
12	110	3,4	323	28	21	11
6,5	130	3,7	276	20	23	5,3
12	110	3,9	323	26	20	11
12	130	4,3	313	28	23	11
12	130	4,3	305	33	26	11